

VŠB – Technická univerzita Ostrava
Fakulta strojní
Katedra mechanické technologie

**Studium vlivu chemicko – tepelného zpracování povrchu
oceli na adhezi ochranných povlaků**

**Study of the Influence Chemical – Heat Processing
Surface Steel on Adhesion Protective Coatings**

Vedoucí diplomové práce:
Student:

Doc. Ing. Jitka Podjuklová, CSc.
Bc. David Chmiel

Ostrava 2009

Zadání diplomové práce

Student: **Bc. David Chmiel**

Studijní program: N2301 Strojní inženýrství

Studijní obor: 2303T002 Strojírenská technologie

Téma: Studium vlivu chemicko - tepelného zpracování povrchu oceli na adhezi ochranných povlaků
Study of the Influence Chemical - Heat Processing Surface Steel on Adhesion Protective Coatings

Zásady pro vypracování:

1. Prostudujte současný stav chemicko - tepelného zpracování povrchu oceli.
2. Prostudujte vlastnosti povrchu oceli po chemicko - tepelném zpracování a možnost aplikace povlaků.
3. Navrhněte metodiku experimentálních prací.
4. Proveďte experimentální zkoušky a jejich vyhodnocení.
5. Zpracujte technickou zprávu v rozsahu 30 - 35 stran.

Seznam doporučené odborné literatury:

MOHYLA, M.: Technologie povrchových úprav kovů. Učební texty VŠB – TU Ostrava, 2006. 3. vydání. 156 s. ISBN 80-248-1217-7.

PODJUKLOVÁ, J.: Speciální technologie povrchových úprav I. Učební texty VŠB – TU Ostrava, 1994. 1. vydání. 71 s. ISBN 80-7078-235-8.

FREMUNT, P., PODRÁBSKÝ, T.: Konstrukční oceli. Akademické nakladatelství CERM, s.r.o, Brno, 1996. 261 s. ISBN 80-85867-95-8


Formální náležitosti a rozsah diplomové práce stanoví pokyny pro vypracování zveřejněné na webových stránkách fakulty.


Vedoucí diplomové práce: **doc. Ing. Jitka Podjuklová, CSc.**

Datum zadání: 29.09.2008

Datum odevzdání: 22.05.2009




prof. Ing. Jiří Hrubý, CSc.
vedoucí katedry


prof. Ing. Radim Farana, CSc.
děkan fakulty

Prohlášení studenta

Prohlašuji, že jsem celou bakalářskou práci vypracoval samostatně pod vedením vedoucího bakalářské práce a uvedl jsem všechny použité podklady a literaturu.

V Ostravě 22.5.2009

.....

Bc. Chmiel David

Prohlašuji, že:

- jsem byl seznámen s tím, že na moji diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. – autorský zákon, zejména §35 – užití díla v rámci občanských a náboženských obřadů, v rámci školních představení a užití díla školního a §60 – školní dílo.
- беру на ве́домі́, že Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava (dále jen VŠB – TUO) má právo nevýdělečně ke své vnitřní potřebě diplomovou práci užít (§35 odst.3).
- souhlasím s tím, že jeden výtisk diplomové práce bude uložen v Ústřední knihovně VŠB – TUO k prezenčnímu nahlédnutí a jeden výtisk bude uložen u vedoucího bakalářské práce.
- souhlasím s tím, že údaje o diplomové práci, obsažené v Záznamu o závěrečné práci, umístěném v příloze mé diplomové práce, budou zveřejněny v informačním systému VŠB – TUO.
- bylo sjednáno, že s VŠB – TUO, v případě zájmu z její strany, uzavřu licenční smlouvu s oprávněním užít dílo v rozsahu §12 odst. 4 autorského zákona.
- bylo sjednáno, že užít své dílo – diplomovou práci nebo poskytnou licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem VŠB – TUO, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly VŠB – TUO na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše).

V Ostravě, 22. května 2009

.....

podpis studenta

Bc. Chmiel David
Chopinova 445
739 61 Třinec 6

ANOTACE DIPLOMOVÉ PRÁCE

Bc. CHMIEL, D. Studium vlivů chemicko – tepelného zpracování povrchu na adhezi ochranných povlaků

Ostrava: katedra mechanické technologie, Fakulta strojní, VŠB – Technická univerzita Ostrava, 2009, 95 s. Diplomová práce, vedoucí: Podjuklová, J.

Diplomová práce řeší problematiku tvorby nitridické vrstvy metodou iontové nitridace na povrchově očištěných a neočištěných ocelových substrátech. Úprava povrchů substrátů má vliv na adhezi, korozi a mechanické vlastnosti nitridační vrstvy.

Výsledky měření ukázaly, že povrchová předúprava substrátu má zásadní vliv na délku iontové nitridace. Neočištěné vzorky mají větší hloubku nitridační vrstvy na úkor menší tvrdosti. Protikorozní ochrana je velmi slabá, proto nitridované součásti by měly být dále povrchově upraveny.

ANNOTATION OF THESIS

Bc. CHMIEL, D. Study of the Influence Chemical – Heat Processing Surface Steel on Adhesion Protective Coatings.

Ostrava: Mechanical Technology Department, Faculty of Mechanical Engineering, VŠB – Technical University of Ostrava, 2007, 95 p. Thesis, head: Podjuklová, J.

The thesis deals with topic of nitrated layer creation based on the method of ion nitration application on the surface cleaned and raw steel substrates. The state of the surface of substrates influences the adhesion, corrosion and mechanical properties of nitrated layer.

Results of measurement proved that the surface pre-treatment directly influences the time of ion nitration. Raw specimens have bigger depth of nitrated layer but on the other hand the hardness decreases. Anti – corrosion protection is very insufficient, there should be another surface treatment applied on the nitrated parts.

Obsah

Seznam použitých značek a symbolů	9
1 Úvod	10
2 Koroze.....	12
2.1 <i>Korozní prostředí</i>	12
2.1.1 Rozdělení koroze	13
2.1.2 Ochrana materiálu proti korozi.....	14
3 Povrchová předúprava kovu	15
3.1 <i>Chemická povrchová předprava</i>	16
3.1.1 Odmašťování	16
3.1.2 Moření.....	18
3.2 <i>Mechanická povrchová předúprava</i>	19
3.2.1 Otryskávání	20
3.2.2 Broušení a leštění	21
3.2.3 Kartáčování	22
3.2.4 Omílání	22
3.2.5 Odstraňování ostatních nečistot	23
3.2.6 Čištění povrchů dříve natřených.....	23
3.2.7 Stabilizátory rzi	24
3.2.8 Příprava povrchu fosfátováním.....	25
4 Iontová nitridace	26
4.1 <i>Podstata a princip iontové nitridace</i>	27
4.1.1 Vedení elektřiny v plynech	27
4.1.2 Princip iontové nitridace.....	28
4.2 <i>Zařízení pro iontovou nitridaci</i>	32
4.2.1 Složení iontonitridační jednotky	34
5 Metodika experimentálních prací	37
6 Experimentální práce.....	39
6.1 <i>Příprava zkušebních vzorků</i>	39
6.1.1 Materiál	39
6.1.2 Opracování vzorků.....	43
6.1.3 Znečištění vzorků	44
6.1.4 Vizuální kontrola a odmaštění	46
6.2 <i>Příprava vsázky a nitridační nádoby</i>	54
6.2.1 Uložení vzorků do nádoby	57
6.2.2 Pomocné práce	57
6.2.3 Vytvoření počátečního vakua.....	60
6.2.4 Iontové čištění (odjiskřování)	61

6.3	<i>Nitridační proces</i>	63
6.3.1	Depasivace	63
6.3.2	Volba atmosféry	64
6.3.3	Nitridační teplota	68
6.4	<i>Kontrola nitridační vrstvy</i>	69
6.4.1	Kontrola mikrotvrdosti	72
6.4.2	Hloubka nitridační vrstvy.....	75
6.4.3	Kontrola korozní odolnosti.....	76
7	Experimentální práce – výsledky	80
7.1	<i>Hloubka nitridační vrstvy</i>	81
7.2	<i>Mikrotvrdost nitridační vrstvy</i>	87
7.3	<i>Korozní zkouška v umělé atmosféře</i>	88
8	Závěr	92
	Seznam použité literatury	94

Seznam použitých značek a symbolů

Symbol	Název, vysvětlení	Jednotka
R_a	střední aritmetická úchylka profilu	μm
t	tloušťka iontové vrstvy	μm
T	teplota	$^{\circ}\text{C}$
pH	koncentrace roztoku	
μm	mikrometr	10^{-6}m
I	proud	A
U	napětí	V
F	zkušební zatížení	N
HV	hodnoty tvrdosti dle Vickerse	
NH_3	čpavek	
N_2	dusík	
H_2	vodík	
CH_4	metan	
Ar	argon	

1 Úvod

Kovové výrobky najdeme takřka na každém kroku pro své výhodné vlastnosti. Nejrozšířenějším materiálem je především ocel, ale taky zinek, měď a hliník. Vlivem atmosférickým podmínek bývají znehodnoceny korozí. Povrchovými úpravami těchto materiálů můžeme nežádoucím vlivům předcházet a zvýšit tak životnost výrobků, jakož i ovlivnit jejich vzhledové kvality. Volba správné povrchové úpravy pochopitelně zásadně ovlivní jejich životnost, odolnost proti opotřebení i ochranné vlastnosti.

Nechráněné materiály při expozici v atmosféře, při namáhání, ve vodě nebo při uložení v zemi korodují, což může vést k poškození. Aby bylo poškození vyloučeno, jsou materiály po dobu jejich požadované životnosti chráněny. Pro ochranu existují různé možnosti. Jsou to ochrana pomocí nitridace, karbonitridace, nátěrových systémů a povlaků, které jsou významná pro dosažení odpovídající protikorozní ochrany. Možná jsou i dodatečná nebo jiná řešení. Pro zajištění účinné ochrany je nutné, aby výrobci dosáhli určité odpovídající úrovně informací o protikorozní ochraně. Tyto informace by měly být pokud možno odborné, avšak jednoznačné a snadno srozumitelné, aby byla vyloučena nedorozumění při praktické realizaci prací povrchových úprav. K tomu složí mezinárodní norma ISO 12944. Záměrem této normy je poskytnout tyto informace ve formě řady pravidel.

Jedním ze základních předpokladů dobré přilnavosti ochranných vrstev na kov je odpovídající úprava povrchu základního kovu před aplikací vrstvy. V dnešní době prakticky neexistuje obor povrchové úpravy, ve kterém čištění a příprava povrchu netvoří důležitý výrobní úsek. Často se tyto operace provádějí jen zběžně nebo neodborně. Jen málokdy se však příčiny neúspěchu celkové povrchové úpravy hledají v přípravě povrchu. Je nutno si uvědomit důležitost přípravy povrchu a použít vždy takového způsobu, který z funkčního, provozního i ekonomického hlediska nejlépe vyhovuje.

V současné době je na celém světě stále aktuální otázka úspory energie, šetření nedostatkovými materiály a zvyšování kvality povrchu materiálu. Snaha všech vyspělých států vede k rozvoji racionálních technologií. Životnost součástí závisí zejména na otěru povrchu, výskytu únavových trhlin a korozních účincích. Všechny tyto účinky se začínají uplatňovat především od povrchu materiálu. Proto se všichni snaží o progresivnější technologie.

Úkolem této diplomové práce je posouzení, jak je důležitá povrchová předúprava kovu s vlivem na konečný výsledek kvality povrchové úpravy.

2 Koroze

Korozi kovu definujeme jako znehodnocení materiálu, způsobené fyzikálně chemickým dějem kovu a prostředím vedoucím ke změnám vlastností kovu, které mnohdy vyvolávají zhoršení funkce kovu nebo technického systému, jehož jsou kov a prostředí složkami. Korozi podléhají téměř všechny materiály, tedy nejen kovy a jejich slitiny, ale také plastické hmoty, keramické, sklovité, silikátové a jiné materiály.

2.1 Korozní prostředí

Vnější prostředí je rozděleno dle ISO 12944-2. Korozní agresivita prostředí je podle této normy rozdělena do šesti kategorií korozní agresivity prostředí pro atmosféru. Nejrychleji probíhá koroze na počátku, později poskytuje rez kovu určitou ochranu.

C1 - Velmi nízký stupeň korozní agresivity – vytápěné, těsné budovy.

úbytek Fe 10 g/m^2

C2 - Nízký stupeň korozní agresivity – sportovní haly, vytápěné budovy.

úbytek Fe $10\text{-}200 \text{ g/m}^2$

C3 - Střední stupeň korozní agresivity – průmyslové prostory s nízkým znečištěním, přilehlé vesnice, mlékárny, pivovary atd.

úbytek Fe $200\text{-}400 \text{ g/m}^2$

C4 - Vysoký stupeň korozní agresivity – průmyslové prostředí, bazény, prádelny atd.

úbytek Fe $400\text{-}650 \text{ g/m}^2$

C5 – I - Velmi vysoký stupeň korozní agresivity (průmyslový)

úbytek Fe 650-1500 g/m²

C5 – M - Velmi vysoký stupeň korozní agresivity (přímořský)

úbytek Fe 650-1500 g/m²

Tři kategorie korozní agresivity pro vodu a půdu.

Im1 – sladká voda

Im2 – mořská a brakická (poloslaná) voda

Im3 – uložení v zemi

2.1.1 Rozdělení koroze

Výsledkem vzájemného působení faktorů (materiál, fyzikální podmínky systému, prostředí) je částečné nebo úplné rozpuštění materiálu. Podle toho, který z faktorů je dominující, rozdělujeme také jednotlivé druhy koroze:

Podle mechanismu

koroze chemická

koroze elektrochemická

Podle vzhledu

koroze rovnoměrná

koroze nerovnoměrná

[illegible]

Podle prostředí	koroze v atmosféře
	koroze ve vodě
	koroze v plynu
	koroze v půdě

2.1.2 Ochrana materiálu proti korozi

Základní poznatky o mechanismu a kinetice koroze umožňují odvodit základní možnosti, jak korozi zabránit, případně ji zpomalit na přijatelnou míru, aby se zvýšila životnost výrobku. Povrchová ochrana propůjčuje materiálu kvalitativně nové vlastnosti, odlišné od vlastního základního složení. Z hlediska charakteru povrchové ochrany rozlišujeme způsoby omezení koroze:

- 1) úprava korozního prostředí odstraněním složky způsobující korozi
- 2) elektrochemická ochrana kovového povrchu
- 3) volba vhodného konstrukčního materiálu
- 4) tvorba chemických kovových nebo nekovových ochranných povlaků na základním materiálu s kvalitativně odlišnými korozními vlastnostmi

3 Povrchová předúprava kovu

Vytváření povrchových uprav na kovových podkladech je složitý fyzikálně chemický děj. Míra podílu této operace na úspěšné realizaci protikorozní ochrany je velmi důležitá. Účelem povrchové předúpravy je odstranění nečistot (tuků, olejů, minerálních látek apod.) a úprava povrchu kovu, která je důležitá pro vznik kvalitní povrchové úpravy proti korozi. Také musíme dbát na nerovnost povrchu, která se rozděluje do čtyř skupin:

- a) makronerovnost
- b) vlnitost
- c) drsnost
- d) ultramikronerovnosti

Čím má povrch více nerovností, tím je náchylnější ke korozi.

Pro iontovou nitridaci musí být kovové součásti čisté a dobře odmaštěné. Před odmaštěním se dílce vizuálně kontrolují. Musí být bez otřepů na hranách a odhrocené. Nepožaduje se větší sražení nebo zaoblení hran, protože u iontové nitridace nedochází k nárůstu nebo převýšení. Na žádné ploše, ani na té, která bude přikrytá, nesmí být stopy barvy nebo jiných pevných nečistot. Pokud se takové znečištění vyskytne, musí být mechanicky odstraněno ocelovým kartáčem, škrabkou nebo bruskou. Plochy, které budou ve výboji, nesmí být pokryté okujemi nebo hluboko zkorodované. Místní tenká povrchová koroze není na závadu, avšak u ploch s vysokou jakostí povrchu po nitridaci musí být odstraněna leštěním. [13]

Povrchová předúprava se dělí na chemickou a mechanickou. Další způsoby, např. tepelně mechanická a tepelně chemická, se používají již méně vzhledem k vysokým energetickým nárokům a pracnosti.

3.1 Chemická povrchová předprava

Technologie chemické předúpravy je charakterizována dvěmi základními operacemi:

- odmašťováním
- mořením

Tyto operace se realizují za různých podmínek teplotních, koncentračních, kvality účinných lázní, jejich pohybu vzhledem k výrobku apod.

3.1.1 Odmašťování

Na ocelovém povrchu se mohou kromě okují a rzi nalézat různé mastnoty, nejčastěji nezmýdelnitelné oleje ropné báze a v menší míře zmýdelnitelné oleje a tuky rostlinného či živočišného původu, případně také soli rozpustné ve vodě. Mastnoty brání dokonalému zakotvení nátěru na kovovém povrchu a také mohou nepříznivě ovlivňovat průběh jejich zasychání. Nepatrné zbytky mastnot na kovovém povrchu neumožňují, zejména vodou ředitelným nátěrovým hmotám, vytvořit souvislou vrstvu nátěru. [1]

Touto operací se povrch výrobku zbavuje mastnot, olejových a jiných nečistot. Ve většině případů se jedná o zbytky konzervačních olejů na povrchu zpracovávaných plechů a mazacích olejů, které se používají při lisování výrobků a chladicí kapaliny (emulze) po třískovém opracování. Úkolem odmašťovacích přípravků je uvolnění těchto nečistot z povrchu materiálu, jejich převedení do roztoku a zabránění jejich zpětnému vyloučení na povrchu materiálu.

Odmašťování je nejdůležitějším úkonem v přípravě součástí a zásadně ovlivňuje dobu iontového čištění (odjiskření). Každé pracoviště je proto vybaveno odmašťovacím zařízením. Nejúčinnější je odmašťování v parách odmašťovacích prostředků, vyhovuje však i oplach nebo postřik. Pracnost odmašťování je závislá na úrovni znečištění dílců mastnými látkami. U jednotlivých součástí znečištěných pouze tenkou vrstvou oleje postačí jen oplach nebo zavěšení do páry odmašťovací látky.

Součásti znečištěné konzervačním tukem nebo vazelínou nelze dostatečně odmastit postřikem nebo v parách. Pro omytí musí být použito štětce nebo kartáče. Po běžném odmaštění ve vanách, ať již parami nebo kapalinou, zůstanou dílce často ještě místně znečištěné stopami nečistot. Tato místa je třeba rovněž očistit. Při spalování pevných látek ve výboji vznikají lokální oblouky, které komplikují zvyšování teploty. Zvláštní pozornost je věnována otvorům a závitům, které se v odmašťovacích vanách zpravidla dobře neopláchnou. Vystřikávají se odmašťovací látkou a vyfukují vzduchem. K tomuto účelu bývají odmašťovací zařízení vybavena hadicí a nadstavcem pro místní postřik. Při této práci je nutno používat předepsané ochranné pomůcky. Odmaštěné součásti se odloží na předem připravené čisté místo (kovová či dřevěná podlaha). Obsluha nitridu by měla používat na tuto manipulaci čisté bavlněné rukavice. Před vložením do nitridu se ještě kontrolují funkční plochy, nejsou li mechanicky poškozené přepravou a manipulací. Budou li čisté díly uloženy na připraveném místě delší

dobu, zakryjeme je papírem nebo fólií z PVC proti zaprášení nebo jinému znečištění. [13]

Mezi nejčastěji používané patří alkalické 5 až 10 % vodné roztoky speciálních odmašťovacích prostředků. Jejich koncentrace a teplota odmašťovacích lázní se řídí stupněm znečištění výrobku mastnotami a způsobem pohybu účinných lázní.

3.1.2 Moření

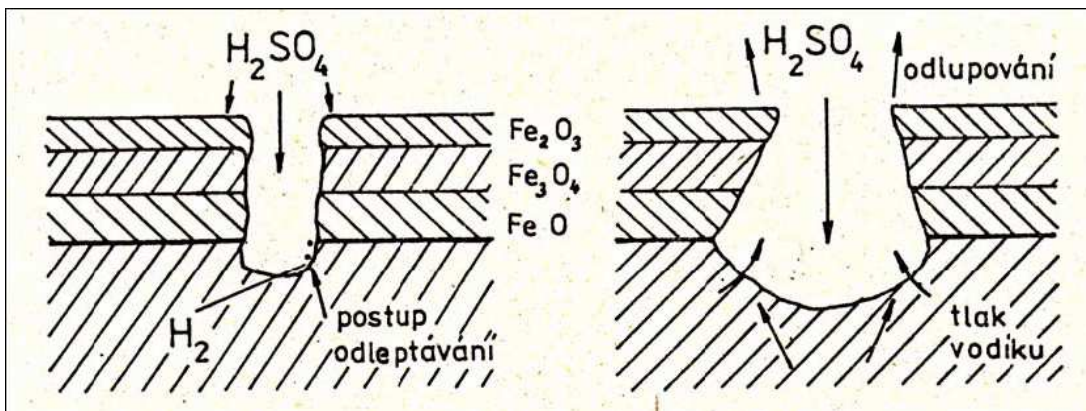
Při moření dochází k odstraňování oxidických nečistot, jako je rez a okuje, z povrchu kovu rozpouštěním v kyselině a tím vytvoření vhodného reliéfu povrchu, který je důležitý z hlediska zvětšení přídržnosti nátěru. Kyselina proniká póry oxidického povlaku na rozhraní oxid – kov a podleptává povlak. Uvolňující se vodík při rozpouštění kovu ve formě bublinek podporuje svým tlakem odtrhávání oxidické vrstvy od kovového materiálu. Působením kyselin nebo louhů se oxidy převedou na rozpustné soli, které se z povrchu materiálu odplaví.

Povrch kovu je nejčastěji pokryt rzí a okujemi, jež jsou tvořeny třemi vrstvami oxidů, které musí být odstraněny v procesu moření:

- wüstit (FeO) - je nejbližší kovu a tvoří asi 80 % tloušťky okují
- magnetit (Fe_3O_4) - jeho tloušťka se rovná asi 18 % tloušťky okují
- hematit (Fe_2O_3) - tvoří asi 2 % tloušťky okují

Z uvedených složek okují se nejrychleji rozpouští Wüstitova vrstva. Magnetit se rozpouští pomaleji a rozpouštění hematitu je nejpomalejší. V praxi se nejčastěji

používá kyselina sírová, chlorovodíková a fosforečná. Ve směsi s jinými kyselinami to pak může být kyselina dusičná a fluorovodíková.



Obr.č.1

Rozpouštění oxidů železa v kyselině sírové.

Odtrhávání okují vodíkem.

3.2 Mechanická povrchová předúprava

Mechanická povrchová předúprava má stejnou funkci jako předúprava chemická. Zbavuje povrch okují, rzi, mastných nečistot a u litinových výrobků i zbytků formovacích hmot:

- otryskávání
- broušení a leštění
- kartáčování
- omílání
- odstraňování ostatních nečistot
- čištění povrchů dříve natřených
- stabilizátory rzi
- příprava povrchu fosfátováním

3.2.1 Otryskávání

Otryskávání je způsob mechanické úpravy kovového povrchu, při kterém se tryskáci materiál vrhá velkou rychlostí proti povrchu součásti. Tato technologie slouží jako předúprava před nanášením ochranných povlaků, ale i jako konečná úprava. Touto technologií je možné připravit povrch potřebné jakosti, čímž se myslí nejen technicky dokonalé očištění povrchu materiálu od okují, rzi i jiných nečistot, ale i dosažení vhodné mikrogeometrie a fyzikálně-mechanických vlastností povrchu. Druh otryskávacího materiálu se volí podle druhu upravovaného povrchu, stupně znečištění, materiálu a tloušťky stěn předmětu. Pro otryskávání se jako otryskávací materiál používá křemičitý písek, litinová drť, brusiva, sekaný drát, balotina (skleněné kuličky) a speciální materiály (drť pecek a plastických hmot). Pro otryskávání nerezavějící oceli a neželezných kovů se používá takových tryskáčích prostředků, které nezanechávají na povrchu žádné zbytky železného prachu. Jde především o sekaný nerezový drát, sekaný hliníkový, mosazný, bronzový, měděný drát, případně písek. [3]

Intenzita čištění povrchu při otryskávání je závislá na tvaru zrn, druhu otryskávacího materiálu, úhlu dopadu a vzdálenosti tryskače od předmětu. Pro povrchovou úpravu musí být intenzita čištění dostatečně jemná, aby se při následujícím nanášení ochranných vrstev zakryly všechny nerovnosti povrchu.

Charakteristiky jednotlivých otryskávacích prostředků a hodnocení vlastností konkrétních materiálů jsou předmětem následujících norem:

ČSN EN ISO 11124 (část 1 až 4) Příprava ocelových podkladů před nanášením nátěrových hmot a obdobných výrobků. Specifikace kovových otryskávacích prostředků.

ČSN EN ISO 11125 (část 1 až 8)) Příprava ocelových podkladů před nanášením nátěrových hmot a obdobných výrobků. Zkušební metody pro kovové otryskávací prostředky.

ČSN EN ISO 11126 (část 1 až 8) Příprava ocelových podkladů před nanášením nátěrových hmot a obdobných výrobků. Specifikace nekovových otryskávacích prostředků

ČSN EN ISO 11127 (část 1 až 8)) Příprava ocelových podkladů před nanášením nátěrových hmot a obdobných výrobků. Zkušební metody pro nekovové otryskávací prostředky. [1]

3.2.2 Broušení a leštění

Tyto mechanické úpravy povrchu se velmi často používají jako úpravy před vytvářením povlaku i jako konečné úpravy. Broušením se obvykle připravuje základní povrch pro kartáčování a leštění. Leštěním se upravuje základní povrch a povlak. Mezi broušením a leštěním lze jen velmi těžko stanovit přesnou hranici. Broušení je obrábění, při kterém se brusivem odebírá mnoho drobných třísek. Nepřihlíží se tolik k přesnosti, ale spíše k odstranění nerovnosti povrchu za účelem dosažení lesku nebo vhodného povrchu pod následující povlak.

Brusivem je zrnitá nebo krystalická látka, jejíž zrna jsou tvrdá, houževnatá a ostrohranná, že jimi lze obrušovat jiné hmoty. Brusiva se většinou používá ve formě brusných nástrojů, jako jsou kotouče, kameny, pilníky, plátina, papíry apod. Broušený povrch má hrubší nebo jemnější strukturu, která je způsobena různou velikostí brusiva. Brousí se postupně brusnými kotouči, plstěnými kotouči s nalepeným brusivem nebo brusnými plátny a papíry, až se dosáhne takové

drsnosti, jaká je požadována pro další úpravu. Při vybrušování se postupuje od hrubších brusiv k jemnějším. Při přípravě povrchu pod nátěry je to nejspolehlivější způsob odstraňování nerovností, okují, nečistot a rzi.[2] Při leštění se používá kotoučů plstěných nebo látkových, které nejsou polepeny brusivem.

3.2.3 Kartáčování

Jde o velmi rozšířený způsob čištění povrchu od uvolněných okují, rzi, starých nátěrů i zbytků různých zbylých nečistot např. prachu, třísek apod. Kartáč působí na povrch upravovaného předmětu svými jednotlivými vlákny jako řada brusných nástrojů. Záleží na tvrdosti a pružnosti vláken i na způsobu použití, bude-li se při úpravě ubírat kov nebo se z povrchu pouze odstraní nečistoty. Vlákná kartáčů jsou nejčastěji z kovového drátu. Umělých a přírodních vláken se využívá pouze pro odstranění volně ulpívajících nečistot. Materiál drátů kartáčů, kterými se před nátěrem odstraňují hrubé nečistoty, musí být nejméně tak tvrdý jako základní kov. Kartáčováním nelze dokonale odstranit všechny nečistoty a pevně lpící okuje, které nejsou nijak rozrušeny. Proto je vhodné po kartáčování, před nanesením ochranné vrstvy, zařadit čištění povrchu plamenem, otryskávání, broušení a leštění.

3.2.4 Omílání

Jde o způsob mechanické úpravy povrchu malých předmětů, který spočívá ve vzájemném odírání předmětů, omílajících těles, brusiva a kapaliny v otáčejícím se bubnu nebo zvonu. Omílání se používá k odjehlování a leštění výrobků, odstraňování zbytků korozních zplodin a tavidel po svařování a zpevňování povrchu. Nevýhodou omílání je skutečnost, že může dojít k poškození výrobku v bubnu a úběr z povrchu předmětu může být nerovnoměrný. Pro úpravu povrchu

kovů pod nátěry se jako omílací tělesa volí křemen, žula, čedič, vápenec, umělý korund nebo umělá tělesa, organické hmoty, kožené odpady, textil, dřevěné piliny. Při mokré omílení se používá kapalin, jejichž účelem je tlumit nárazy na předměty a omílací tělesa, smáčet povrch předmětů tak, aby nedošlo k jejich poškození. Kapalina může také zvyšovat úběr a chránit materiál před korozí během omílení. Jako kapalin se používá alkalických odmašťovacích prostředků, zředěná kyselina sírová, soda nebo jádrové mýdlo. [2]

3.2.5 Odstraňování ostatních nečistot

Soli rozpustné ve vodě, nejsou-li odstraněny, poškozují povrchovou úpravu. Při vystavení výrobku zvýšené vlhkosti nebo při ponoru do vody se vytvářejí na povrchu puchýřky. Rozpustné soli lze z povrchu kovu odstranit před zhotovením povrchové úpravy omytí čistou vodou. Jedná se i o nečistoty, jako jsou prachové částice, kondenzace vlhkosti a jiné nečistoty zanesené z blízkého okolí.

3.2.6 Čištění povrchů dříve natřených

Nátěry jsou důležité při ochraně materiálu před korozí a při úpravě vzhledu různých strojírenských výrobků. Tento účel však přestávají plnit, poruší-li se film buď mechanicky nebo vlivem stárnutí. Velmi dobrou vlastností organických povlaků je jejich snadná obnova a oprava. Před nimi je však nutné řádně upravit povrch určený k nátěru, stejně jako u nových nátěrů. Při mechanickém poškození se na určitém místě obnaží povrch kovu. V okolí tohoto místa začne kov pod nátěrem rezivět a nátěr ztrácí přilnavost. Bez důkladného očištění těchto ulpělých zbytků nelze dosáhnout dobré přilnavosti nového nátěru. Je nutno

odstranit i nátěrové filmy poškozené stárnutím. Stárnutím filmu se označují chemické a fyzikální děje, probíhající v nátěrovém filmu od jeho zaschnutí až do samovolného znehodnocení. Příčinou stárnutí jsou nejrůznější vlivy, např. vzdušný kyslík, voda, světlo, teplo, vlivy deště, prachu apod. Není-li nátěr obnovován, dospěje proces stárnutí do fáze, kdy film popraská a oddělí se od povrchu natřeného předmětu. Projeví se různě hlubokými trhlinami, puchýři, nátěr ztrácí lesk a mění barvu. Obnovovat nátěr nanášením nátěrové hmoty na poškozený starý nátěr není účelné, neboť nový nátěr má na starém nátěru horší přilnavost. Pod starým nátěrem může být povrch napaden korozí. Po nanesení nového nátěru se však proces tvoření rzi nezastaví a nátěr je tak znehodnocen. [4]

Metody odstraňování nečistot z povrchu materiálu lze rozdělit do tří skupin:

1. mechanické odstraňování
2. tepelné odstraňování
3. chemické odstraňování

3.2.7 Stabilizátory rzi

Tyto produkty jsou často vytvořeny na bázi kyseliny fosforečné, taninu a různých přísad. Aplikace vedla v některých případech ke zvýšení životnosti a zvyšuje bariérové vlastnosti nátěru, avšak nezamezuje působení stimulačního vlivu rozpustných solí obsažených ve rzi na oceli pod nátěrem. O stabilizátorech rzi lze na základě provedených zkoušek uvést, že do určité míry zvyšují odolnost povrchové úpravy zhotovených na zarezavělém povrchu očištěném ručně drátěnými kartáči.

3.2.8 Příprava povrchu fosfátováním

Významným způsobem úpravy povrchu před zhotovením nátěru je fosfátování. Při procesu se vytvářejí na povrchu nerozpustné vrstvy fosforečnanu zinku, železa nebo manganu. Nejčastěji se používají prostředky pro vytváření vrstviček fosforečnanu zinečnatého. Proces fosfátování se uskutečňuje ponorem nebo postřikem a využívá se hlavně v sériové nebo hromadné výrobě.

4 Iontová nitridace

V šedesátých letech zasáhla do vývoje chemicko-tepelného zpracování oceli elektrofyzikální chemie. Intenzivně se začalo pracovat na využití elektrických polí a vývoj probíhal převážně ve dvou směrech.

V prvním působí na povrch zpracovávaných součástí aktivní elektricky nabitě částice pevného skupenství. Jiskrové výboje mezi pevnými aktivními částicemi a povrchem materiálu mohou urychlit difúzi prvku do povrchu. Tento způsob se nazývá zpracování ve fluidním prostředí.

Druhý směr vývoje představuje metodu, při níž se vytváří elektrické pole mezi povrchem zpracovávaných součástí jak jednou elektrodou (nejčastěji katodou) a druhou pomocnou elektrodou, kterou tvoří stěna recipientu. Prostředí mezi elektrodami tvoří v tomto případě silně zředěné směsi plynů. Po zapnutí stejnosměrného proudu s dostatečně vysokým napětím dojde k ionizaci částic zředěného plynu, kladné aktivní ionty jsou urychlovány směrem ke katodě, kolem které se vytvoří svítící doutnavý výboj. Vedle chemicko-tepelného zpracování v pevném, kapalném nebo plynném prostředí vznikne tak další metoda, při níž aktivní prostředí tvoří ionizovaný plyn- plazma.

Již první praktické zkušenosti ukázaly značný vliv výboje na proces tepelného zpracování. Tento vliv je v některých směrech tak veliký, že se chemicko-tepelnému zpracování otevřely nové možnosti působení na vznik povrchových tvrzených vrstev oceli a ovlivňování jejich vlastností. Za nejperspektivnější je považováno využití doutnavých výbojů v chemicko-tepelném zpracování u následujících procesů:

- nitridování
- cementování
- křemíkování
- boridování
- titanování

Neméně důležité je i využití při vytváření chemicky vázaných povlaků různých prvků nebo jejich karbidů a nitridů.

V poslední době stále více pociťujeme absenci fundovaného posuzování materiálu k zamýšlenému tepelnému zpracování. S největší pravděpodobností tento fakt souvisí s krizí v konstrukčních a technologických kancelářích. Při navrhování materiálu jsou zásadně podceněny vlastnosti materiálu a ostatní charakteristiky. Řada konstruktérů se spokojuje s vyjádřením vlastností v jednotkách tvrdosti, pokud tak na výkrese vůbec učiní. Jde-li o převod licenční dokumentace, pak převody materiálů zahraničních na tuzemské obsahují zásadní omyly, které vedou k vážným změnám. [13]

4.1 Podstata a princip iontové nitridace

4.1.1 Vedení elektriny v plynech

Fyzikální model atomu, jehož efektivní průměr je řádu 10^{-10} (m), je tvořen jádrem atomu, který obsahuje kladně nabitě protony a neutrální neutrony. Atomový obal tvoří elementární částice – elektrony, mající záporný náboj a pohybují se po kvantových drahách. Obíhající elektrony mají určitou (kvantovou) energii, jejichž hodnota je určena třemi *kvantovými čísly*. Hlavní kvantové číslo udává míru celkové energie. Vedlejší kvantové číslo popisuje, jak je orientován moment hybnosti elektronu. Magnetické kvantové číslo vyjadřuje možnou orientaci

uzavřené dráhy obíhajícího elektronu. Každé kombinaci těchto tří kvantových čísel odpovídá *jediný kvantový vztah* označený jako **orbit (dráha)**. Podle vylučovacího principu nemůže každý orbit mít více než dva elektrony, které musí mít opačný spin. Tento spin považujeme za *čtvrté kvantové číslo*. [13]

Snížíme-li mezi dvěma elektrodami (katodou a anodou) připojenými dostatečně vysokému napětí (250 až 1000 V) tlak plynu, jsou molekuly plynu v elektrickém poli mezi elektrodami štěpeny a atomy ionizovány. *Ionizaci rozumíme odtržení (vyražení) jednoho nebo více elektronů z obalu atomu, takže se částice plynu rozdělí na kladné ionty a volné záporné elektrony*. V důsledku nárazu migrujících molekul a pohybu nosičů nábojů v elektrickém poli dochází neustále k dalšímu štěpení a ionizaci. Říká se tomu též nárazová ionizace plynu. Vznikají stále nové nosiče nábojů, přičemž kladné ionty jsou urychlovány ke katodě a elektrony se pohybují směrem k anodě. Plyn se stane vodivým a obvodem začne proudit elektrický proud. Průchod proudu plynem se nazývá výboj. Výboje ve zředěných plynech jsou zpravidla doprovázeny doutnavým světlem. Proto se jim říká *doutnavý výboj*.

4.1.2 Princip iontové nitridace

Iontová nitridace je stejně jako jiné postupy nitridování podmíněna přítomností atomárního dusíku na povrchu kovu. Atomární dusík je schopný přes povrchovou absorpční vrstvičku nitridů pronikat za zvýšené teploty do mřížky základního kovu a difundovat dále do oceli.

Klasická nitridace v plynu probíhá v plynotěsných pecích v atmosféře částečně štěpeného čpavku. Atomární dusík vzniká rozpadem molekul čpavku při zvýšené teplotě v peci. Atomy dusíku, které vznikají na povrchu oceli, reagují se železem a vytvářejí povrchovou absorpční vrstvičku bohatou na nitridy. Tyto

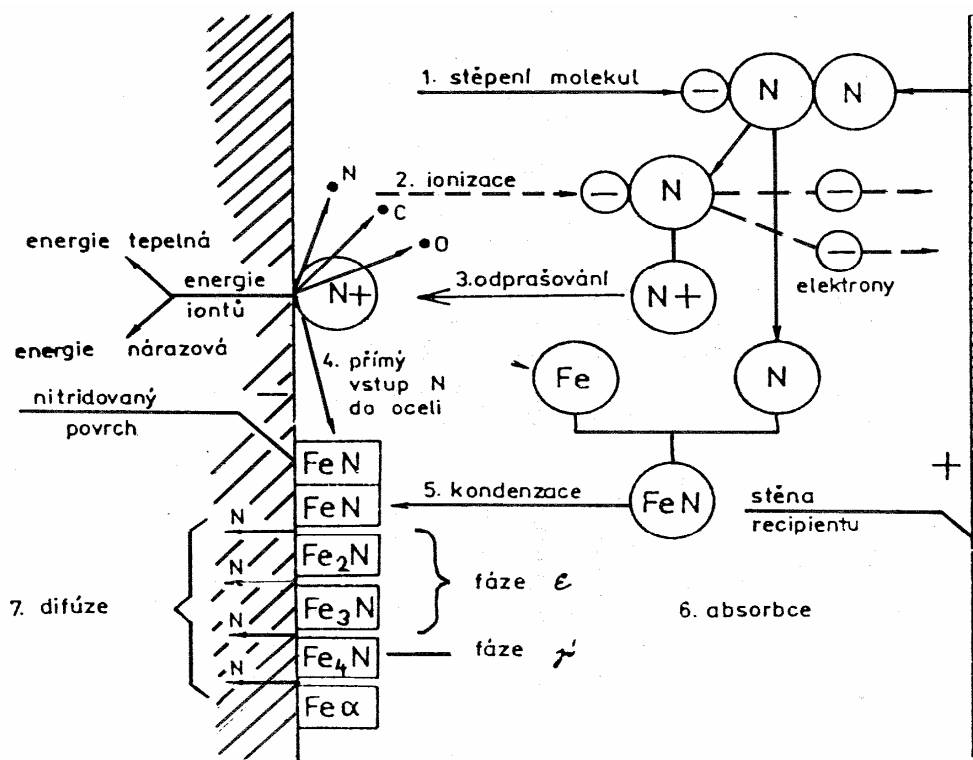
nitridy vázané na povrch oceli jsou za zvýšené teploty nestabilní, rozpadají se na nižší složky, uvolněný dusík vstupuje do absorpční vrstvičky mřížky a proniká dále do povrchu. Rozklad molekul čpavku na povrchu oceli, který působí jako katalyzátor, je daleko rychlejší, než v plynné fázi nacházející se v prostoru pece. Kromě toho atomární dusík vzniklý v plynné fázi rekombinuje do molekulárního stavu (N_2) dříve, než se dostane na povrch oceli, a nemá již z hlediska procesu nitridace další význam. Na nitridaci v plynových pecích se tedy podílejí jen ty atomy dusíku, které vznikly štěpení molekul čpavku přímo na povrchu součásti. [13]

Při iontové nitridaci jsou zpracovávány součásti uloženy izolovaně ve vakuové nádobě (recipientu) a zapojeny jako katody. Recipient je zapojen jako anoda a udržuje se v něm snížený tlak zředěný směsí plynů potřebných pro proces nitridace. Nejčastěji je to směs dusíku a vodíku ($N_2 + H_2$).

Po připojení stejnosměrného proudu o napětí 400 až 1000V vznikne mezi stěnou recipientu (anodou) a povrchem součásti (katodou) elektrické pole. Napětí, proud a tlak musí být nastavený tak, aby odpovídaly oblasti anomálního výboje. V elektrickém poli dochází k silné migraci molekul zředěného plynu a v důsledku nárazu pak k jejich štěpení a ionizaci. Kladné ionty jsou urychlovány směrem ke katodě, to je na povrch nitridovaných součástí.

Charakteristickým rysem pohybu iontů ke katodě je nárůst jejich rychlosti a tím i jejich kinetická energie není lineární. K prudkému nárůstu dochází teprve v bezprostřední blízkosti povrchu součástí v oblasti katodového úbytku napětí. To má za následek, že největší intenzita dějů probíhajících v takovémto anomálním doutnavém výboji je soustředěna do úzkého pásma okolo povrchu součástí bez ohledu na jejich tvar nebo vzdálenost od stěny recipientu – anody (obr. č.2). Především v tomto pásmu dochází ke štěpení molekul a k ionizaci atomu. Anomální výboj má proto plošný charakter a jeho svítící koruna kopíruje povrch

součásti. Bez této vlastnosti by nebylo možné průmyslové využití doutnavého výboje pro difúzní pochody tepelného zpracování. [13]



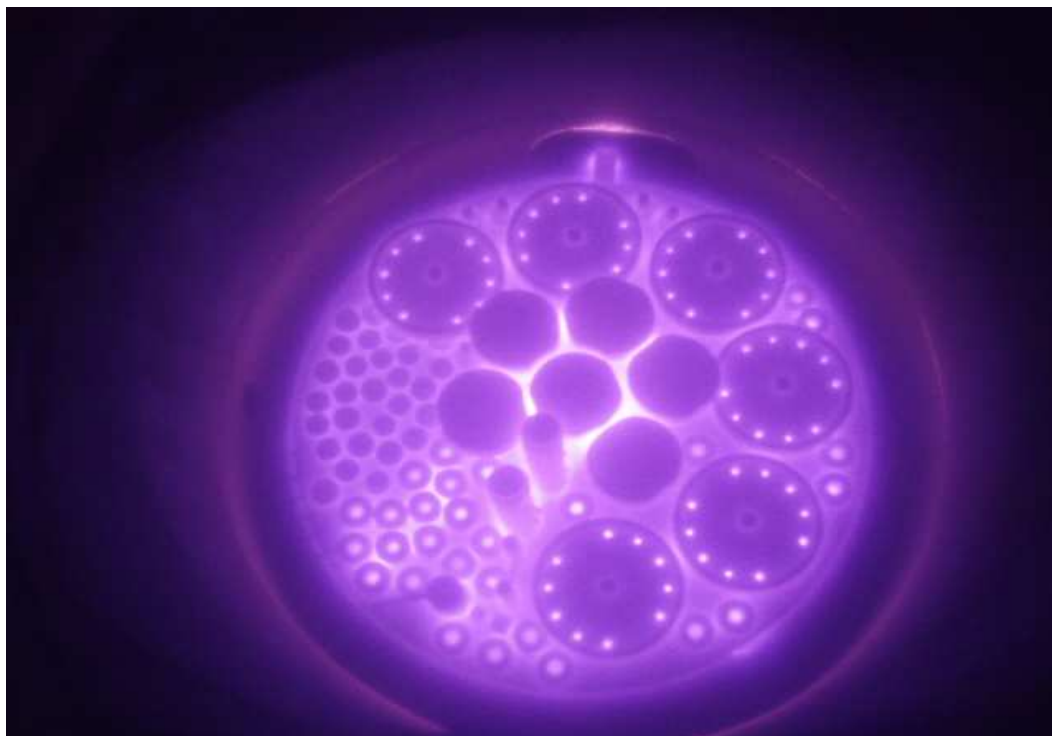
Obr. č.2 Schéma dějů při iontové nitridaci

Děje probíhající na povrchu součásti (obr. č.2) lze zjednodušeně vysvětlit následovně: kladné ionty neustále bombardují povrch součásti. Při dopadu se část jejich kinetické energie přemění v teplo a součásti jsou ohřívány. Kromě ohřevu vyražejí dopadající ionty z povrchu oceli atomy železa a dalších prvků.

Tento jev nazýváme odprašování nebo katodové odprašování a podle většiny autorů je nejzávažnějším dějem procesu iontové nitridace. Dopad iontů na povrch součásti, jejich reakce s odprášenými atomy vede ke vzniku dusíkem bohatých nitridů železa. Jejich kondenzací se vytváří povrchová absorpční

vrstvička s vysokou koncentrací dusíku. Kromě železa dochází k odprašování dalších prvků, především uhlíku, kyslíku a dusíku.

Z uvedeného je zřejmé, že chemické reakce na povrchu, jejichž výsledek je povrchová vrstva nitridů, probíhají u iontové nitridace za zcela jiných podmínek, než u nitridace ve čpavkové atmosféře plynotěsných pecí. Volbou vhodných podmínek (napětí, plošná hustota proudu, tlak a složení atmosféry) lze v podstatné míře ovládat tvorbu povrchu vrstvičky nitridů. Odprašování oxidů má za následek dokonalou depasivaci povrchu oceli a tím i zlepšení podmínek nitridace, zvláště u vysoce legovaných ocelí. Naproti tomu ochuzení povrchu o odprášený uhlík vede k potlačení karbonitridické sítě po hranicích zrn. Vliv na tvorbu této sítě prokázal již před léty B. Přenosil. Základ vzniku iontonitridačních vrstev je nutno hledat ve vratných dějích: odprašování, vznik bohatých nitridů železa, kondenzace a absorpce dusíku uvolněného z povrchové vrstvy jako zdroje pro vznik difúzní vrstvy. V další části je proces iontové nitridace srovnatelný s klasickou nitridací v plynu. Povrchová vrstvička bohatých nitridů se rozpadá na nižší složky podle schématu v dolní části (obr. č.2). Při tom část uvolněného dusíku proniká (difunduje) dále do povrchu oceli a vytváří vazbou na nitridované prvky difúzní podpovrchovou nitridační vrstvu. [13]



Obr. č.3 Průběh iontové nitridace – uvnitř vakuové nádoby

Podle většiny autorů se na iontové nitridaci jen ve velmi malé míře podílí přímý vstup iontů dusíku do povrchu oceli. Někteří autoři však princip podle "(obr. č.2) popírají. Za rozhodující je považována přítomnost vodíku v nitridační atmosféře. Hlavní podíl nitridačního efektu je pak přisuzován vzniku ionizovaných molekul čpavku, které vstupují do povrchové vrstvičky nitridu. Na fotografii (obr. č.3) vidíme zbarvení uvnitř vakuové nádoby. [13]

4.2 Zařízení pro iontovou nitridaci

Zařízení pro iontovou nitridaci jsou již dostatečně propracovaná u více výrobců. Jejich konstrukční řešení se často liší a je dáno jednak účelem použití, jednak technickou úrovní a tradicí výrobce. Jsou nabízeny zařízení s plně automatizovaným řízením procesu podle předem stanoveného programu od

založení vsázky až po jejich vyjmutí. Pro řízení procesu se využívá nejmodernější elektroniky. Dále jsou obecně popsány základní části iontonitridační jednotky (obr.č.4) a jejich funkce, které musí plnit, aby bylo dosaženo doutnavého silnoproutého výboje a dalších podmínek pro vytvoření nitridační vrstvy. [13]



Obr. č. 4 Vakuová nádoba pro iontovou nitridaci

4.2.1 Složení iontonitridační jednotky

Základní části a jejich vzájemné spojení znázorňuje obrázek č.5

1) Vakuová nádoba – recipient

V literatuře bývá též často nazývána pracovní nebo vakuová komora, nebo i nesprávně vakuová pec. Pro vznik elektrického pole musí být uvnitř recipientu dvě elektrody – katoda a anoda. Katoda tvoří zpracovávané součásti, které jsou uloženy izolovaně, zatímco anodou je samotný recipient, respektive jeho vnitřní stěna.

2) Vakuový systém

Je propojen s vnitřním prostorem recipientu. Jeho úkolem je odčerpání z prostoru do takového vakua, aby zbylé stopy vzduchové atmosféry a v nich obsažené výpary neovlivňovali další průběh procesu. Tomuto odpovídá počáteční tlak 5 až 10 Pa. Jakmile začne být dávkována po zapnutí elektrického proudu do tohoto počátečního vakua nitridační atmosféra, zajišťuje vakační systém udržování předepsaného tlaku. Při iontové nitridaci běžných součástí se hodnota tlaku pohybuje 100 až 800 Pa.

3) Elektrická napájecí jednotka

Slouží k dodávce stejnosměrného proudu a napětí 250 až 1000 V pro zapálení a udržování doutnavého výboje. Její výkon je dán maximální plochou katody (vsázky včetně přípravků). U známých zařízení se měrný výkon pohybuje v rozsahu 0,3 až 1 W.cm⁻² povrchu katody při plošné hustotě proudu 8 až 25 A.m⁻².

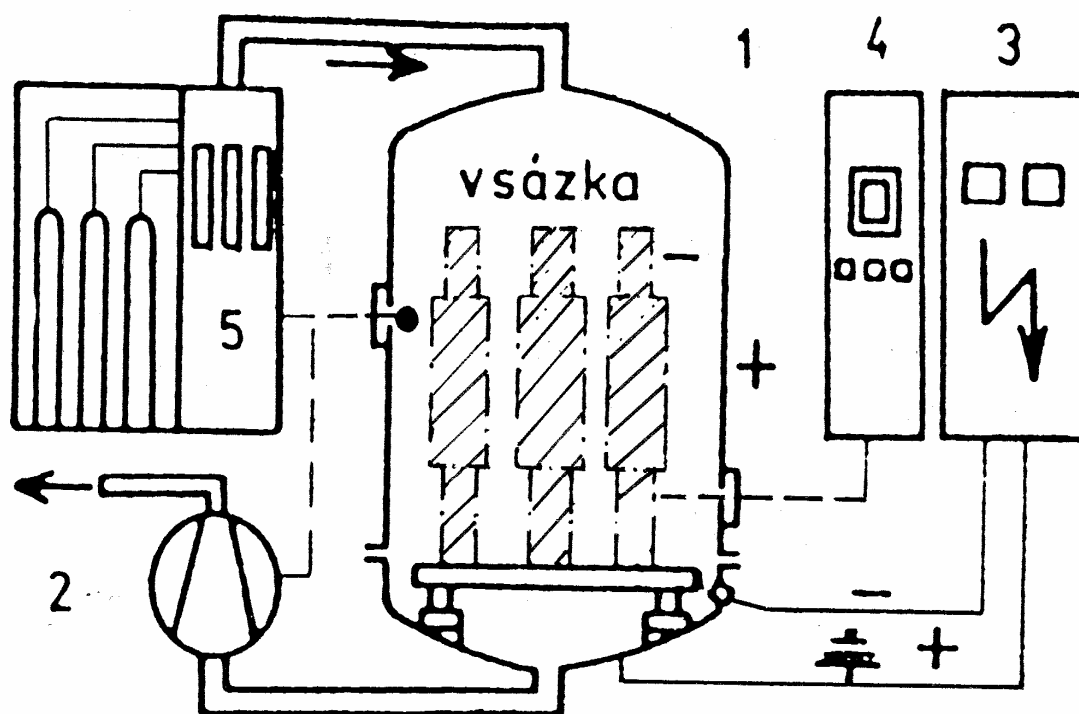
Hlavní části napájecí jednotky jsou: transformátor, usměrňovač regulace proudu a napětí a zařízení pro plošnou stabilizaci výboje.

4) Elektronická řídící a kontrolní jednotka

Tato část zabezpečuje průběh procesu podle nastavených parametrů a pomocí čidel chrání zařízení i nitridované součásti, aby nedošlo k poškození při poruše (překročení teploty, přerušení dodávky plynu, nebo chlazení vody apod.). Je vybavena zapisovacím zařízením, které je přímo propojené s počítačem a obsluha může celý proces kontrolovat i zpětně. Při poruše se zařízení automaticky vypne a dá znamení obsluze. Po odstranění poruchy zařízení automaticky najede na nitridační teplotu a dále pokračuje v cyklu, aniž by došlo k porušení nitridační vrstvy.

5) Plynová stanice

Slouží k přípravě nitridační atmosféry a dodává další plyny, např. vodík (argon) pro depasivaci nebo dusík pro proplachování. Většinou je uspořádána jako samostatná část nitridačního souboru. Při větším počtu nitridačních nádob je výhodné, aby všechny nádoby zásobovala jedna plynová stanice (ekonomicky i prostorově výhodné). Hlavní části plynové stanice jsou: tlakové láhve s plyny, redukční ventily, zařízení na štěpení čpavku, čištění a sušení plynu, směšovací zařízení a úprava výstupního tlaku. Stanice umožňuje dodávku standardní směsi $H_2 : N_2 = 3:1$, kterou získáme stoprocentním štěpením čpavku při teplotě 950°C. Kromě toho může být směs připravována z čistých plynů H_2 , N_2 a CH_4 , popř. i argonu. [13]



Obr.č.5 Schéma zařízení pro iontovou nitridaci

5 Metodika experimentálních prací

Cílem diplomové práce je posoudit zkušební vzorky různých materiálů ocelových substrátů a několik způsobů povrchové úpravy pro kvalitu nitridické vrstvy metodou iontové nitridace.

1) **příprava ocelových vzorků**

- a) upíchnutí na soustruhu dvou jakostí materiálu o průměru 48 (mater. 14 220.1) a průměru 43 (mater. 15 230.6) na tloušťku 5mm
- b) broušení povrchu na magnetické brusce

Při třískovém obrábění byly ocelové substráty vystaveny vlivům chladicí kapaliny, která obsahuje olej **Aqual 3010**. Na povrchu vznikl olejový filtr a nečistoty po broušení.

2) **očištění ocelových vzorků**

Znečištěné substráty jsme museli před iontovou nitridací důkladně odmastit. Pro omytí jsme použili štětce kvůli malým rozměrům vzorků a navrhli jsme tři druhy povrchové předpravy:

- a) neodmaštěný vzorek (znečištěný)
- b) odmaštěný prostředkem SCHNELLENTFETTER 1358
- c) odmaštěný prostředkem TAUCHENTFETTER 3188-4

3) **měření mikrotvrdosti**

Měření mikrotvrdosti nitridované vrstvy pomocí mikrotvrdoměru LECO 2000 dle ČSN EN ISO 6507

4) **měření hloubky nitridické vrstvy**

Měření hloubky nitridické vrstvy pomocí mikrotvrdoměru LECO 2000 dle ČSN 42 0448 - 80

5) korozní zkouška v umělé atmosféře

Pro zjištění korozní odolnosti nitridační vrstvy byla použita korozní zkouška v umělých atmosférách – zkouška solnou komorou dle ČSN ISO 9227.

6) metalografické zvětšení mikroskopem po ploše a průřezu

Metalografické výbrusy byly zvětšeny 100 a 500krát. Na těchto fotografiích můžeme zřetelně kontrolovat bílou nitridační vrstvičku γ' a tmavší nitridovanou vrstvu nasycenou dusíkem.

6 Experimentální práce

Pro tuto diplomovou práci jsme připravili dvě jakosti materiálů, z kterých jsme vyrobili na soustruhu 15 ks zkušebních vzorečků z každé jakosti. Jedná se o jakosti 14 220 a 15 320. Zkušební vzorky jsou kolečka tl. 5mm a různého průměru. Na těchto vzorcích byly provedeny tři různé předpovrchové úpravy, které zbavují povrch materiálu různých nečistot (oleje, brusný kámen atd.). Po následné nitridaci jsme zjišťovali hloubku, kvalitu, tvrdost a korozní odolnost nitridační vrstvy.

6.1 Příprava zkušebních vzorků

6.1.1 Materiál

Vybral jsem si dva druhy materiálu – 14 220 a 15 320. Materiály těchto jakostí jsou vhodné pro nitridaci a používají se ve velké míře při výrobě náhradních dílů, ozubených kol a hřídelí.

14 220

(ČSN 41 4220) – se dobře nitriduje do větší hloubky, pro nízkou pevnost jádra není vhodná pro kontaktní namáhání.

Chemické složení [hm. %]

C	Mn	Si	Cr	P	S
0,14 - 0,19	1,1 - 1,4	0,17 - 0,37	0,8 - 1,1	max. 0,035	max. 0,035

Polotovary

1) předvalky	5) přesné bezešvé trubky tvářené za studena
2) tyče válcované za tepla	6) tyče tažené za studena
3) výkovky	7) pásy a pruhy válcované za studena
4) bezešvé trubky tvářené za tepla	

Mechanické vlastnosti

Polotovar			[2] [3]	[3]	[3] [4] [5] [6]	[7]	
Rozměr t,d(mm)			-	-	-	-	
Stav			1	3	3	3	2
Mez kluzu Re nebo Rp 0,2(MPa)min			-	588	-	-	
Mez pevnosti Rm (MPa)						max 637	
Tvrдость HB			min 152	max 197	max 197		max 207
Model pružnosti E (GPa)			206				
Model pružnosti ve smyku G (GPa)			79				
Polotovar			[2]	[3]	[2]	[1] [2]	
Rozměr t,d(mm)			30	30	-	30	64
Stav			4	4	6	4	
Mez kluzu Re nebo Rp 0,2(MPa)min			-	588	-	680	inf. 560
Mez pevnosti Rm (MPa)			785	785		900	inf. 800
Tažnost A5 (%) min			10	10	-	10	inf. 10
Koncentrace Z (%) min			30	30	-	30	inf. 30
Vrubová houževnatost KCU 3 (J.cm-2) nim			49	49		50	inf. 50
Tvrдость HB			min 239	min 239	208 - 269		

Technické údaje

TEPELNÉ ZPRACOVÁNÍ		
normalizační žihání	880-920°C	ochlazovat na vzduchu
žihání na měkko	680-720°C	ochlazovat v peci
cementování v plynu	900-930°C	ochlazovat na vzduchu nebo v ochl azovací jednotce
v prášku	860-900°C	ochlazovat v cementa ční krabici nebo na vzduchu
v solné lázni	890-910°C	ochlazovat na vzduchu
kalení	810-840°C	ochlazovat v oleji nebo v lázni 150-200°C
popouštění	150-200°C	ochlazovat na vzduchu
zušlechtění -kalení	850-880°C	ochlazovat v oleji, tlustší s oučást ve vodě

Použití:

vhodná pro strojní součásti pro zušlechtění do průměru 35 mm, k cementování s velkou pevností v jádře, například hřídele, ozubené kola, vačkové hřídele, zdviháky ventilů, pístní čepy, zubové spojky.

15 230

(ČSN 41 5230) – se velmi dobře nitriduje, vysoká odolnost proti otěru, dosahuje nejvyšších tvrdostí, vysoké kontaktní a mechanické namáhání.

Chemické složení [hm. %]

C	Mn	Si	Cr	V	P	S
0,24 - 0,34	0,4 - 0,8	0,17 - 0,37	2, - 2,5	0,1 - 0,2	max. 0,035	max. 0,035

Polotovary

1) předvalky	4) bezešvé trubky tvářené za tepla
2) tyče válcované za tepla	5) tenké plechy válcované za tepla
3) výkovky	6) tlusté plechy válcované za tepla

Mechanické vlastnosti

Polotovary	[1] [2] [5] [6]	[3]	[4]		[5]	
Rozměr t,d(mm)	-	0,8-2,8	4-10	10-40	≤250	250-500
Stav	.3	.3	-		.6	
Mez kluzu Re nebo Rp 0,2(MPa)min	-	-	-		635	590
Mez pevnosti Rm (MPa)	-	max 780	max.780		780 - 930	
Tažnost A5 (%) podél min	-	-			12	11
Tažnost A5 (%) tang.min	-	-	-		10	9
Koncentace 2 (%) min	-	-	-		-	
Vrubová houževnatost KCU 3 (J.cm-2) podél nim	-	-	-		49	29
Vrubová houževnatost KCU 3 (J.cm-2) tang. nim	-	-	-		39	24,5
Tvrdost HB	min 152	max 225	max 225	max 230	239 - 285	
Model pružnosti E (GPa)	198					
Model pružnosti ve smyku G (GPa)	80					

Polotovár	[2]			[5]	[6]
Rozměr t,d(mm)	16 - 40	40 - 100	100 - 250	40	
Stav	.7			.7	.7
Mez kluzu Re nebo Rp 0,2(MPa)min	835	735	590	835	835
Mez pevnosti Rm (MPa)	980-1180	880-1080	780-930	980-1180	980-1180
Tažnost A5 (%) podél min	12	12	12	12	12
Koncentrace Z (%) min	45	50	50	45	
Vrubová houževnatost KCU 2 (J.cm-2) nim	39			39	
Tvrdość HB	300-359			300-359	300-359

Teplota (°C)	20	100	200	250	300	300	350	400
Mez kluzu Rp 0,2(MPa)za zvýšených teplot	830	810	735	705	660	660	570	470
	590	560	515	485	455	455	415	375

Technické údaje

TEPELNÉ ZPRACOVÁNÍ		
normalizační žhání	860-900°C	ochlazovat na vzduchu
kalení	830-880°C	ochlazovat ve vodě (tlusté věci)
	850-890°C	ochlazovat v oleji (součásti do D60)
popouštění	550-650°C	ochlazovat ve vodě (velké výkovky na vzduchu)
žhání na měkko	700-740°C	ochlazovat v peci
nitridace	490-510°C	
teplota přeměn	Ac1 - 770°C	Ac3 - 820°C Ms - 370°C
tvrdost nitridační vrstvy	750HV5	

Použití:

na velmi namáhané zušlechťené součásti a na části nitridované, vč. nitridovaných ozubených kol. Vzhledem k vysoké prokalitelnosti je použitelná i pro velké výkovky.

6.1.2 Opracování vzorků

Zkušební vzorky byly vyrobeny na soustruhu. Upíchnutím z kulatiny o průměru 48 (materiál jakosti 14 220) a 43 (materiál jakosti 15 230) jsme vypíchli na hrotovém soustruhu zkušební vzorky ve tvaru koleček obou jakostí po 15 kusech a tloušťky 5mm. Dále byl povrch zkušebních vzorků přebroušen na magnetické brusce a to z obou stran za stálého ochlazování chladicí kapalinou (obr.6,7).



Obr. č.6 Příprava pro broušení vzorků



Obr. č.7 Broušení vzorků v chladicí kapalině

Obroušené vzorky rozdělíme podle jakosti materiálu na dvě části po 15ks. Dále vyrazíme na každých 5ks číslo a to od 1 do 3. Tak označíme způsob předpovrchové úpravy a druh odmašťovacího prostředku.

1 – neodmaštěný vzorek (znečištěný)

2 – odmaštěný prostředkem SCHNELLENTFETTER 1358

Pro čištění za studena nebo odmašťování kovových nebo plastových částí nebo natřených oblastí, kde nesmí dojít k napadení nátěru. Rychle působící odmašťovadlo 1358 má vynikající rozpustné vlastnosti pro oleje, mastnotu a další organické nečistoty.

3 – odmaštěný prostředkem TAUCHENTFETTER 3188-4

Silně zásaditý tekutý namáčecí odmašťovací prostředek, zvláště vhodný pro odmašťování nepoddajných usazenin mastnoty a uhlíku. Produkt rychle odlučuje a umožňuje nadprůměrnou životnost lázně. Zvláště vhodný pro aplikaci v kalírnách k odstranění kalících a popouštěcích olejů. Koncentrace pro aplikaci : 2 až 10 %

6.1.3 Znečištění vzorků

Vzorky po předešlém opracování jsou velmi znečištěné a mají na povrchu olejový povlak od chladicí kapaliny. Ta obsahuje olej ředěný vodou. Dále na povrchu se uchytili zbytky kovových částic od broušení. Tyto nečistoty mají velice špatný vliv na průběh iontové nitridace, především na odjiskřování.

Technické údaje použitého oleje na chlazení:**Název produktu – Aqual 3010**

je univerzální, vodou mísitelná kapalina pro obrábění, která obsahuje rozpouštědlově rafinovaný minerální olej s nízkým obsahem polyaromatických uhlovodíků, aniontové emulgátory, korozní inhibitory a glykolethery.

Použití:

Směs oleje a vody je obráběcí kapalina pro všechny procesy třískového obrábění. Doporučený podíl koncentráту ve vodě je 5 – 15% obj. Tato kapalina je vhodná pro obrábění litiny, hliníku a dalších neželezných kovů, které se vyznačují dobrou obrobiteľností. Výjimku tvoří hořčíkové slitiny. Při smísení s vodou o tvrdosti 5 – 30^oH (90 – 540 ppm) AQUAL 3010 vytváří stabilní emulzi s nízkou tendencí k pění. Tento produkt je vhodný i pro obrábění mědi a jejích slitin za předpokladu, že jsou tyto materiály po obrábění opláchnuty.

Technická data:

Veličina	Jednotka	Hodnota
Vzhled		čirá, hnědá kapalina
Hustota při 20°C	kg/l	0,91
Viskozita při 20°C	mm ² /s	cca 100
Bod tání	°C	< -25°C
Bod vzplanutí	°C	> 150°C
Bod vznícení	°C	> 240°C
Samovznícení		produkt není samozápalný
Obsah chloru	% hm.	0
Obsah dusitanů	% hm.	0
Obsah minerálního oleje	% obj.	80

Refraktometrický faktor	% p. Brix	0,9
pH (5% roztok ve vodě DIN 20)		9,8
Rozpustnost ve vodě	při 20 °C mísitelný ve všech poměrech	
Ochrana proti korozi	DIN 51 360/I (5%)	žádná koroze
	DIN 51 360/II (6%)	hraniční

Nebezpečné vlastnosti produktu a jejich klasifikace:

Symbol	Xi
R – věta	R36/38 – Dráždí oči a kůže
Klasifikace	Dráždivý

Produkt je klasifikován jako nebezpečný podle zákona 356/2003 Sb.

6.1.4 Vizuální kontrola a odmaštění

Při iontové nitridaci je nejdůležitější kovové části dobře očistit a odmastit. Každé pracoviště je proto vybaveno odmašťovacím zařízením (obr.č 8,9). Jako první se však musí vizuálně zkontrolovat, jestli jsou zbaveny otřepů na hranách a odhrocené. V našem případě kontrola byla velice jednoduchá. Obě ploché části byly broušeny na ploché brusce. Kontrolovali jsme pouze otřepy na hranách.

V průmyslu používané odmašťovací přípravky lze rozdělit do několika základních skupin:

- 1) halogenované uhlovodíky
- 2) alifatické uhlovodíky
- 3) emulzní odmašťovače
- 4) vodní alkalické odmašťovače

V posledních letech se do popředí zájmu dostávají především přípravky na vodní bázi. Tyto přípravky mají řadu výhod, jsou netoxické, nehořlavé, levnější. Vodní alkalické odmašťovače se často dělí do skupin dle jejich alkality, tedy hodnoty pH:

- | | |
|----------------------|------------|
| 1) vysoce alkalické | pH 11 - 14 |
| 2) středně alkalické | pH 9 - 12 |
| 3) neutrální | pH 7 - 10 |

V průmyslu se stále více používají mazadla na bázi minerálních olejů a syntetických maziv, které se v odmašťovací lázni nezmýdelňují – neprobíhá chemická reakce, ale v povrchu kovu se odstraňují fyzikálními pochody. Tyto jevy probíhají prakticky ve dvou krocích. Nejdříve dojde ke ztenčení vrstvy oleje na kovovém povrchu a potom dochází k odstranění tenkého mastného filmu. Zde hrají důležitou roli tenzidy, které přispívají k tvorbě drobných kapiček oleje. Prouděním kapaliny u povrchu kovu dochází pak k odtržení kapiček od povrchu a jejich rozptýlení do lázně.



Obr. č.8 Odmašťovací zařízení automatické



Obr. č.9 Odmašťovací zařízení ruční

K odmašťování se použili dva přípravky. Tauchentfetter 3188-4 silně alkalické odmašťovadlo a Schnellentfetter 1358. Malé rozměry zkušebních vzorků nám neumožnili mýty v odmašťovacím zařízení. Pro omytí bylo použito štětce. Obsluha používala z bezpečnostních důvodů ochranné gumové rukavice. Očištěné vzorky se vložili do sušičky a nechali vysušit. Třetí vzorky jsme nechali znečištěné pro kontrolní pokus.

Technické informace odmašťovacích prostředků:

SCHNELLENTFETTER 1358

má vynikající schopnost rozpouštět oleje, tuky a mnoho organických nečistot. Naproti tomu vůbec nepoškozuje umělé hmoty (nádrže, těsnění, stříkané části aj.) a lakované vrstvy. Nový roztok má mírný zápach.

Oblast použití

Čistící a odmašťovací prostředek za studena resp. odmašťování kovových a umělohmotných částí nebo nalakovaných ploch, u kterých nesmí dojít k poškození laku.

Aplikace

Ponorem, postřikem nebo aplikovat štětcem.

Technická data:

Hustota při 20 °C : 0,891 g/ml

Bod vzplanutí (DIN 51755): 25 °C

Bezpečnostní pokyny

Při stálém kontaktu s kůží doporučujeme kvůli odmašťovacímu účinku používat po práci krém na ruce. Chránit před otevřeným ohněm a silnými zdroji tepla. Čistič nevypouštět do kanalizace. Oddělování pomocí olejového odlučovače.

Označení nebezpečí:**Xn – zdraví škodlivý**

Výrobek musí být povinně označován podle nařízení o zacházení s nebezpečnými látkami v posledním platném znění. Má narkotizující účinky.

R 10	hořlavý
R 43	může vyvolávat senzibilizaci při styku s kůží
R 52/53	škodlivý pro vodní organismy, může vyvolat dlouhodobé nepříznivé účinky ve vodním prostředí
R 65	zdraví škodlivý: při požití může způsobit poškození plic
R 66	opakovaná expozice může způsobit vysušení nebo popraskání kůže
R 67	vdechování par může způsobit ospalost a závratě

Další údaje

Produkt prokazatelně neobsahuje žádné organicky vázané halogenní sloučeniny (AOX), sloučeniny těžkých kovů a formaldehyd.

Likvidace:

Nesmí se odstraňovat společně s odpady z domácnosti. Nepřipustit únik do kanalizace. Při úniku sebrat s materiály vážícími kapaliny (písek, štěrkový písek, pojidla kyselin, univerzální pojiva, piliny) a kontaminovaný materiál odstranit jako odpad dle tabulky č. 1. Zajistit dostatečné větrání, nesplachovat vodou nebo čistícími prostředky obsahující vodu.

Evropský katalog odpadů

14 00 00	ODPADNÍ ORGANICKÁ ROZPOUŠTĚDLA, CHLADÍCÍ A HNACÍ MÉDIA (KROMĚ ODPADŮ UVEDENÝCH VE SKUPINÁCH 07 A 08)
14 06 00	Odpadní organická rozpouštědla, chladící a hnací média rozprašovačů pěn a aerosolu
14 06 03	Jiná rozpouštědla a směsi rozpouštědel

Tab. č.1

Odstranění obalů podle příslušných předpisů.

TAUCHENTFETTER 3188-4

je silně alkalické, kapalné odmašťovadlo pro použití ponorem i postřikem. Je na bázi zásad, aniontových smáčedel, primárních aminů a inhibitorů tvorby koroze. Je obzvláště vhodný pro odstranění těžce odstranitelných nečistot jako jsou kalící oleje, tuky a uhlí.

Produkt rychle odděluje, čímž lze docílit nadprůměrných dob trvanlivosti dané lázně.

Trvanlivost lázně je právě závislá na druhu a množství zanesených nečistot a na možnosti odlučování oleje z hladiny lázně. Tauchentfetter 3188-4 je obzvláště vhodný pro oblast odstranění oleje u tvrzených dílů.

Použití:

Používá se v koncentraci 3 - 5 % postřikem v pracích zařízeních , ponorem nebo i kombinací postřiku a ponoru, a to při teplotě mezi 60 – 90 °C.

Stanovení lázně:

10 ml roztoku lázně se titruje kyselinou chlorovodíkovou (HCl) = 0,1 mol/l (0,1N) proti metylové oranži jako indikátoru až do barevného přechodu z žluto-oranžové do červená. Spotřeba kyseliny v ml násobeno faktorem 0,327 udává koncentraci přípravku v %.

Při použití HCl – 0,5 N, násobte faktorem 1,635.

Technické údaje:

Vzhled	: nažloutlá kapalina
Hustota 20°C	: 1,160 g/cm ³
pH - hodnota (1%)	: 12,8 - 13,2

Označení nebezpečí

C – žíravý

Výrobek musí být povinně označován podle nařízení o zacházení s nebezpečnými látkami v posledním platném znění.

- R 34 způsobuje poleptání
R 37 dráždí dýchací orgány

Další údaje

Produkt prokazatelně neobsahuje žádné organicky vázané halogenní sloučeniny (AOX), nitráty, sloučeniny těžkých kovů a formaldehyd.

Likvidace:

Nesmí se odstraňovat společně s odpady z domácnosti. Nepřipustit únik do kanalizace. Při úniku sebrat s materiály vážícími kapaliny (písek, štěrkový písek, pojidla kyselin, univerzální pojiva, piliny). Použít neutralizační prostředky a kontaminovaný materiál odstranit jako odpad dle tabulky č. 2. Zajistit dostatečné větrání.

Evropský katalog odpadů

11 00 00	ODPADY Z CHEMICKÝCH POVRCHOVÝCH ÚPRAV, Z POVRCHOVÝCH ÚPRAV KOVU A JINÝCH MATERIÁLŮ A Z HYDROMETALURGIE NEŽELEZNÝCH KOVŮ
11 01 00	Odpady z chemických povrchových úprav, z povrchových úprav kovu a jiných materiálů (např. galvanizace, zinkování, moření, leptání, fosfátování, alkalické odmašťování, anodická oxidace)
11 01 07	Alkalické mořící roztoky

Tab. č.2

Čistící látky se mohou po očištění znovu použít nebo zužitkovat jako látka. Kontaminované obaly se musí řádně vyprázdnit a po odpovídající očištění se mohou znovu použít. Čistící prostředek je voda.

6.2 Příprava vsázky a nitridační nádoby

Zařízení pro iontovou nitridaci musí být čistá, a proto musíme dbát na zabránění vniknutí nečistot a prachu do nádoby. Jsou velmi tichá. Hlučnost způsobuje prakticky pouze vývěva. Z hlediska nebezpečí úrazu elektrickým proudem jsou velmi malá jak v každé kalírně nebo strojírenských provozech. Při provozu nevzniká žádný toxický nebo škodlivý odpad. S ohledem na nízké zásoby a spotřebu nebezpečných látek je pracoviště iontové nitridace hodnoceno jako jednoduché, obyčejné základní podle ČSN 33 0330 bez nebezpečí výbuchu (BNV) a bez nutnosti ochranného prostoru (OP) podle ČSN 33 2320.

Bezpečnostní podmínky stanoví provozovatel podle místních podmínek a v souladu s požadavky příslušného inspektorátu bezpečnosti práce.

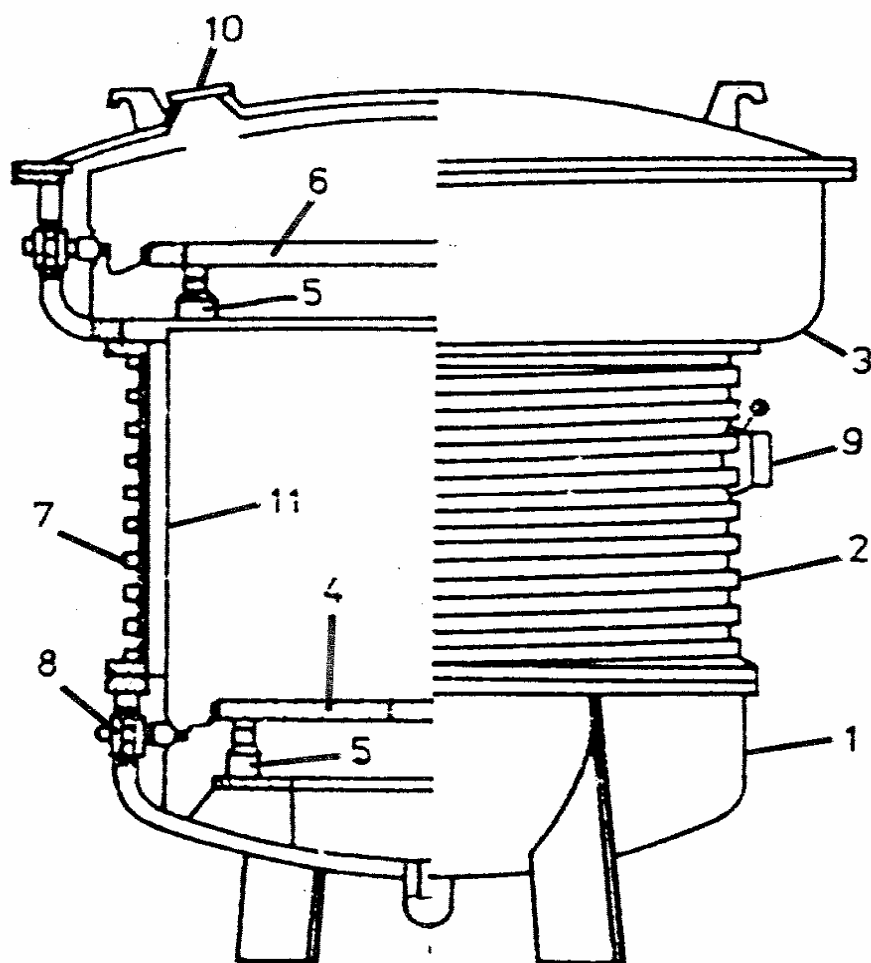
Obsahují zejména:

- podmínky pro dopravu a manipulaci s materiálem (práce pod jeřábem, řízení jeřábu – jeřábnický kurz, používání ochranných prostředků atd.)
- bezpečnostní předpisy pro práci s elektrickým proudem (zapínání a ovládání nitridu)
- předpisy pro provoz, manipulaci, skladování a výměnu lahví se stlačenými plyny v souladu s ČSN 07 8304 (obsluha plynové stanice)
- první pomoc při zasažení pracovníků používanými látkami (jedná se zejména o práci s odmašťovacími prostředky). Obsluha používá pro mytí gumové rukavice a pro manipulaci s očištěnými výrobky čisté bavlněné rukavice (obr.č.10)
- bezpečnostní pokyny pro obsluhu pomocných zařízení (odmašťovací zařízení, vsázkové plošiny, pomocné zvedací zařízení)
- předpisy pro požární ochranu



Obr. č. 10 Plátěné a gumové rukavice

K našemu pokusu jsme použili kombinovanou nitrilovou nádobu (obr. č.11).
Dá se různě prodlužovat dle množství středních dílců (modulu) a velikosti jámy pod povrchem.



Obr. č.11 Kombinovaná nitridační nádoba

- 1) spodní část
- 2) střední díl (modul)
- 3) závěsná hlava
- 4) spodní katoda
- 5) ker
- 6) vrchní katoda
- 7) vodní chlazení
- 8) průchodka proudu
- 9) průzor
- 10) průzor
- 11) ochranná vložka

6.2.1 Uložení vzorků do nádoby

Očištěné vzorky pro iontovou nitridaci musíme přenést ze sušičky do vakuové nádoby tak, aby nedošlo k dalšímu znečištění povrchu. Obsluha nitridu musí používat čisté, plátěné rukavice. I na pokožce ruky může být nečistota, nebo pot. Všechny tyto vlivy by mohly změnit výsledek prováděné zkoušky. Zkušební vzorky pokládáme na předem připravené podpěrky. Použijeme kovové malé válečky, aby byla nitridována čím jak největší plocha. Pokud položíme vzorek na dno vakuové nádoby, nedojde k nitridaci stykových ploch (obr. č.12).



Obr. č.12

Ukládání vzorků na dno nitridační nádoby

6.2.2 Pomocné práce

Po uložení vzorků na dno musíme připravenou vsázku přikrýt pláštěm (obr.č.13). Nejdůležitější na vakuové nádobě je její těsnost. Proto proběhne kontrola gumového těsnění a položíme plášť na dno. Žádná vakuové zařízení nemůže být absolutně těsné a v principu to není absolutně nutné. Důležité je, aby

se při provozu udržel tlak v takové úrovni, že nebude narušovat technologický postup. Z technologického hlediska lze stanovit následující fáze nitridování:

- vytvoření počátečního vakua
- iontové čištění (ojiskření)
- zvyšování teploty
- depasivace
- iontová nitridace
- vychladnutí vsazky



Obr. č.13 Plášť nitridační nádoby

Po uzavření vakuové nádoby je nutno napojit chlazení a vývěvu. Chlazení pláště je nejdůležitější v celém procesu nitridace. Puštěním čerpadel s chladicí kapalinou vidíme na kontrolkách průtok (obr.č.14,15). Kapalina prochází dnem, pláštěm a víkem. Když dosáhne teploty 90°C, propojí se automaticky s chladicí věží, kde probíhá intenzivní chlazení vody (obr. č.16).



Obr. č.14 Rozvod chladicí kapaliny



Obr. č.15 Kontrola průchodu chladicí kapaliny



Obr. č.16 Chladicí věž

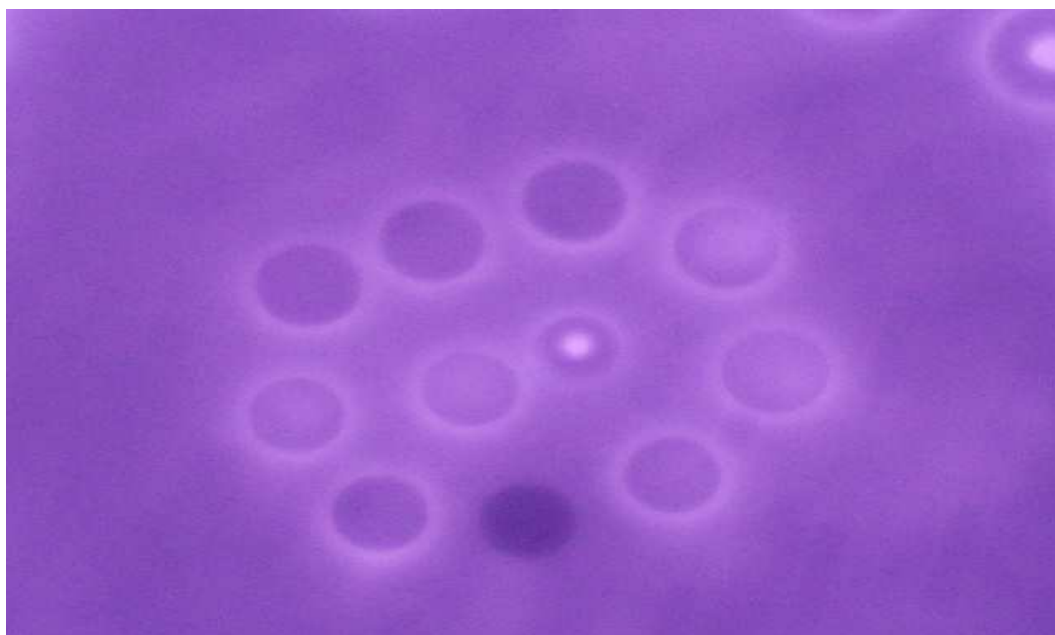
6.2.3 Vytvoření počátečního vakua

Počáteční vakuum, hodnota absolutního tlaku v nitridační nádobě, kdy může být zapálen elektrický doutnavý výboj. Vývěva odčerpává vzduch přibližně 30 minut. Tato hodnota je uvedena v návodu k obsluze a je přibližně stanovena od 5 do 40 Pa. Jestliže je vsázka velmi znečištěna, měli bychom jít s počátečním tlakem pod hodnotu 15 Pa. Čím vyšší je tlak, tím silnější jsou lokální výboje a krátkodobé proudové nárazy na počátku. V důsledku toho se výrazně prodlužuje

počáteční fáze nitridace po zapnutí elektrického proudu. Bez dostatečného vakua v nádobě nelze spustit další proces nitridace.

6.2.4 Iontové čištění (odjiskřování)

Iontové čištění, tzv. odjiskření povrchu zapínáme až dosáhneme vakuum 0,3 [mbar] a nastává doutnavý výboj. Do nádoby pouštíme malé množství dvou plynů VODÍKU a ARGONU v poměru 0,5 : 1 [l/min]. Napětí výboje po zapálení bývá 250 až 400 V. Při rozjezdu často napětí klesá na nulu (výboj z nečistot na příloze 1). Nejdříve se objeví ve vakuovém prostoru nádoby okolo celé vsázky slabé namodralé světlo a na povrchu vsázky probíhá nepravidelné jiskření (obr. č.17). Toto jiskření je způsobeno miniaturními nečistotami na povrchu vzorků. Uklidní se teprve, až budou všechny plochy vzorků a přípravků výbojem očištěny.



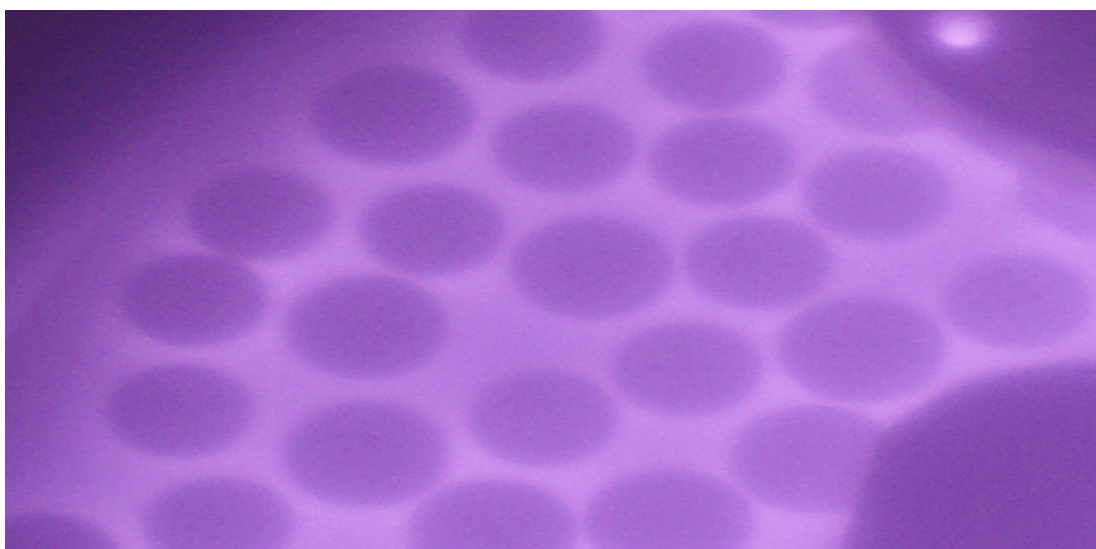
Obr. č.17

Začátek odjiskřování

Při odjiskřování neodmaštěných vzorků, znečištěných olejem a zbytky po broušení, vzniká lokální oblouky a prošlehy až do formy krátkodobého plamene

mezi vzorky a pláštěm nádoby. Tyto nečistoty velice prodlouží iontové čištění, protože nám vypínají proud, který nám zvyšuje teplotu ve vakuové peci. Při jiskření kolísá napětí výboje v určitých intervalech. Se slábnutím jiskření se nám zvyšuje proud a snižuje frekvence kolísání. V průběhu čištění obsluha postupně ubírá množství plynu a tím se snižuje tlak v nádobě (viz. příloha 2). Jde o urychlení procesu. Zvyšuje se proud a zároveň teplota vsázky. Výkon výboje je v této fázi velmi malý a vsázka se ohřeje na teplotu 100°C. Doba trvání iontového čištění je závislá na množství a čistotě. Očištěné vzorky odjiskřovaly 2 hodiny a 15 minut na teplotu 100°C (viz. příloha 3), kdežto vzorky neočištěné téměř 4 hodiny na stejnou teplotu (viz. příloha 2). Zde názorně vidíme, že kvalita povrchové předúpravy je při nitridaci velice důležitá. Jedná se o snížení nákladů na jednu vsázku.

Zvyšování teploty je nejdůležitější a nejnáročnější fáze iontové nitridace. Při odjiskřování dochází k uklidnění výboje až dosáhneme nitridační teploty. Obsluha postupně zvyšuje tlak v nádobě podle chování výboje a zvyšující se teploty. Toto zařízení má nastavitelnou intenzitu výboje při ohřevu. Teplota na ukazatelích z termočlánku nemusí být stejná jako teplota uvnitř nádoby. Proto musíme umístit kontrolní kostku s termočlánkem tak, aby byla vedle zkušebních vzorků a nedošlo k desinformaci. Po odjiskření je výboj při tlaku 20 Pa nevýrazný. Napětí dosahuje maxima, proud minima a teplota se nezvyšuje (obr.č.18).



Obr. č.18

Těsně před nitridační teplotou

6.3 Nitridační proces

Plasmová nitridace se ukázala efektivní metodou zpevnění povrchu zušlechťených a normalizovaných materiálů. Proto jsem se rozhodl pro materiál jakosti 15 230.6 a 14 220.1. Tento proces dokáže dosáhnou přesně ohraničené tloušťky a vlastnosti vrstev v závislosti na nastavených parametrech procesu. Lze také přesně předcházet tvorbě sloučeniny vrstvy na povrchu oceli, protože tato vrstva je považována za zhoršující faktor. Pro konvenční vyráběnou ocel bylo definováno, že optimální vlastnosti nitridační vrstvy se dosahuje při teplotě 470 – 490 °C a poměrem plynů ve vakuové peci $N_2 : H_2 = 0,3 : 0,9$ [mbar] (viz. příloha 4). Tloušťka vrstvy, její fázové složení a vlastnosti pak lze měnit snížením času pro dosažení vrstvy se žádoucí tloušťkou. Celý proces nitridace řídí počítač a všechny údaje (tlak, napětí, proud, množství přichozího plynu do vakuové nádoby atd.) se zapisuje do grafu a ukládá do počítače. Průběh procesu iontové nitridace je zaznamenán v příloze číslo 4.

6.3.1 Depasivace

Doprovodným jevem odprašování je automatické odstranění oxidačních filmů u oceli s vysokým obsahem chromu. Tato depasivace zajišťuje dobrý průběh nitridace vysokolegovaných ocelí. Depasivace povrchu likvidace velmi stabilních povrchových vrstviček oxidů legujících prvků, které zhoršují vnikání dusíku do povrchu oceli. Provádí se u oceli s obsahem legūr nad 6% a spočívá v působení vodíkového výboje na povrch součástí. Vsázky, u nichž bylo použito depasivace, jsou ohřívány na teplotu ve vodíkové atmosféře. Po dosažení nitridační teploty se vodíkový výboj nechá působit ještě 30 až 60 minut.

6.3.2 Volba atmosféry

Pro vytvoření nitridační atmosféry ve vakuových nádobách se používají většinou tyto technické plyny:

- 1) čpavek – NH_3
- 2) dusík – N_2
- 3) vodík – H_2
- 4) methan – CH_4
- 5) argon – Ar

Vlastnosti jednotlivých plynů:

Čpavek – jedovatý, hořlavý. Bezbarvý plyn dusivého zápachu, lehčí než vzduch, mimořádně rozpustný ve vodě. Ve směsi se vzduchem je výbušný při koncentraci 15 až 28 objemových procent. Plyn se na pracovišti iontové nitridace získává většinou odpařováním přímo z tlakových lahví, ve kterých je dodáván v tekutém stavu. Z 40 litrové láhve se odpaří asi 14 000 litrů plynu. Při 450 °C se rozkládá na dusík a vodík. Atmosféra získaná ze čpavku je levná. Není třeba používat směšovací zařízení.

Dusík – netečný nehořlavý. Plyn bezbarvý bez chuti a bez zápachu, 1,3 krát lehčí než vzduch. Není jedovatý, ale je nedýchatelný. Průmyslově se vyrábí frakční destilací zkapalněného vzduchu za nízkých teplot. Požadovaná jakost pro iontovou nitridaci je 99,99 objemových procent N_2 . V plynových stanicích je skladován v láhvích (obr. č.19)



Obr. č.19 Plynové stanice (argon, dusík, vodík)

Vodík – hořlavý. Plyn bezbarvý bez chuti a bez zápachu, 14,4 krát lehčí než vzduch. Ve směsi se vzduchem má velmi široké rozmezí výbušnosti. Spodní hranice při koncentraci 4,1 a horní při 74 objemových procent. Minimální jakost pro iontovou nitridaci je 99,99 objemových procent H_2 . V plynových stanicích je skladován v láhvích (obr. č.19)

Methan – hořlavý. Plyn bezbarvý a bez zápachu, není jedovatý, ale je nedýchatelný, 1,8 krát lehčí než vzduch. Smíchán se vzduchem vytváří výbušnou směs v rozmezí koncentrace dolní 5,3 a horní při 15 objemových procent methanu. Požadovaná jakost pro iontovou nitridaci je 99,99 objemových procent CH_4 . Je uskladněn v lahvích u nitridačního směšovače.

Argon – netečný, nehořlavý. Ve směsi se vzduchem vytěsňuje kyslík. Při práci v uzavřeném prostoru je nutno používat dýchací přístroj s přívodem kyslíku nebo čerstvého vzduchu. Dodává se v tlakových lahvích (obr. č. 20). Požadovaná jakost

atmosféry minimálně N 380 podle ČSN 65 4305 – 80 odpovídá 99,98 objemových procent Ar.



Obr. č.20

Uložení Argonu v plynových lahvích

Pokud nepoužíváme čpavek, což se týká našeho nitridačního zařízení, musíme směsnou atmosféru připravit jinými způsoby. Buď ji namíchat z čistých plynů do láhví, nebo vpouštět jednotlivé složky atmosféry do nitridační vakuové nádoby přes průtokoměry. V našem případě byla nitridační soustava vybavena speciálním směšovacím zařízením. Ocelové potrubí přivádí na nitridační pracoviště čisté plyny, které končí v mísiči plynů (obr. č.21). Zařízení umožňuje plynulou dodávku proměnného množství velmi přesné směsi.



Obr. č.21 Směšovač plynu

Pro odjiskřování jsme použili směs Ar a H_2 v poměru 0,2 : 0,5 [mbar]. Při dosažení nitridační teploty došlo ke změně atmosféry dle tab. č.3 na N_2 : H_2 = 0,3 : 0,9 [mbar].

Typ	Rozsah složení atmosféry (objemových %)
NH_3	100
NH_3d	25 % N_2 + 75 % H_2
N_2H_2	2 až 50 N_2 + zbytek H_2
N_2, CH_4, H_2	67 až 69 N_2 + 1 až 3 CH_4 + zbytek H_2
N_2, H_2, Ar	5 až 30 N_2 + 60 až 85 Ar + zbytek H_2
Ar, H_2	50 až 90 Ar + zbytek H_2
H_2	100

Tab. č.3 Atmosféra pro iontovou nitridaci

6.3.3 Nitridační teplota

Charakteristickým vzhledem iontově nitridovaných ploch je jejich matnost. Je způsobena nitridy odprášenými výbojem, které kondenzují v nepatrné vrstvičce na povrchu. Také se může na vzorcích objevit tmavé pole s vrstvičkou sazí. Lze snadno setřít a nemá vliv na povrchovou tvrdost. Může se také stát, že se nitridační nádoba zavzdušní příliš brzy, kdy vsázka je ještě teplá. Povrch se zabarví na modro, ale také nemá vliv na tvrdost. Toto zbarvení lze odstranit opětovným najetím na teplotu cca. 300°C a ponecháním v peci až do vychladnutí ve vakuu.

Nejdůležitější pro nitridaci je dobře zvolená nitridační teplota. Podle dostupných tabulek a jakosti materiálu jsme zvolili nitridační teplotu 470 – 490 °C. Teplota musí být stála kontrolovaná. Termočlánky pro měření teploty jsou zabudovány v plášti nádoby. Přesné měření vsázky zajišťuje pomocné čidlo v kontrolním válečku (obr.č.22).

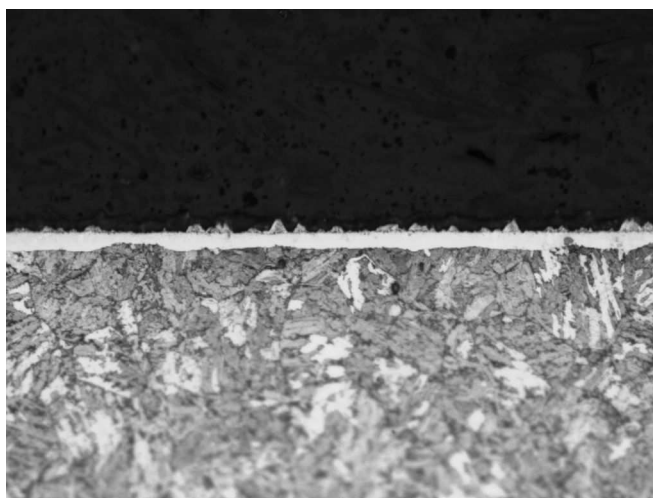


Obr. č.22

Pomocné čidlo

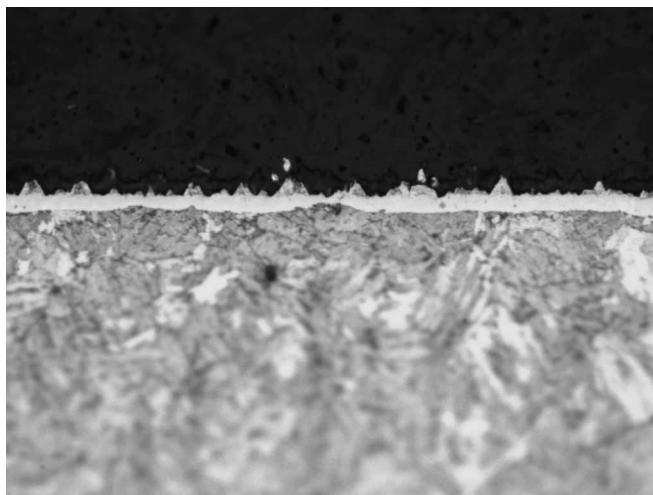
6.4 Kontrola nitridační vrstvy

Nitridační vrstva se skládá ze dvou vrstev, jak je znázorněno na obrázku (obr.č.23). Přímo na povrchu je jenom několik mikrometrů tlustá tzv. bílá vrstva, která je tvořená intermetalickou sloučeninou železa a dusíku. Poněvadž na metalografickém výbrusu se tato vrstva jeví bílá, byl jí přiřazen tento název. Pod touto vrstvou je difúzní vrstva, která sahá do hloubky několika desítek milimetrů. Metalografický výbrus iontově nitridované oceli je na obrázku (obr. č.24 a – f). Zde je patrná bílá vrstva na povrchu a výrazně odlišená difúzní vrstva, která se jeví jako tmavší.

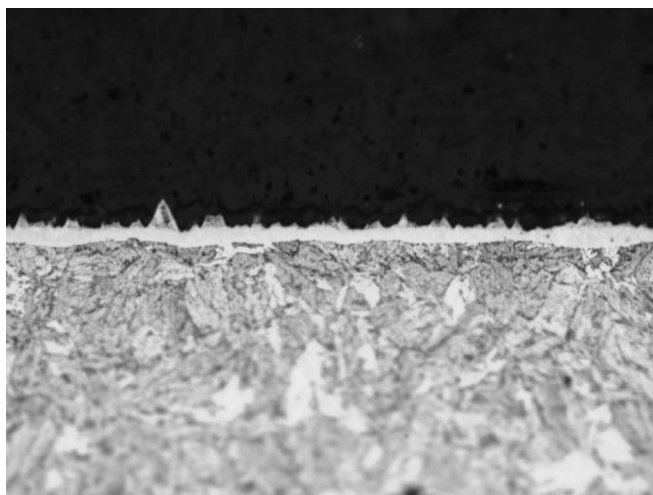


Obr. č. 24 a

15 230 – B1



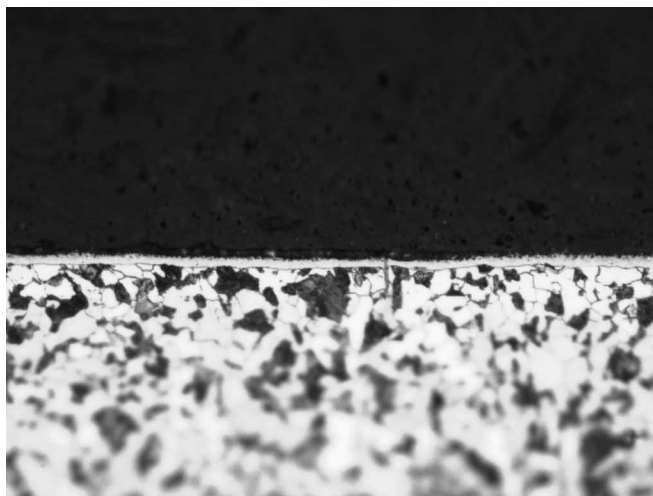
Obr. č. 24 b 15 230 – B2



Obr. č. 24 c 15 230 – B3



Obr. č. 24 d 14 220 – A1



Obr. č. 24 e 14 220 – A2



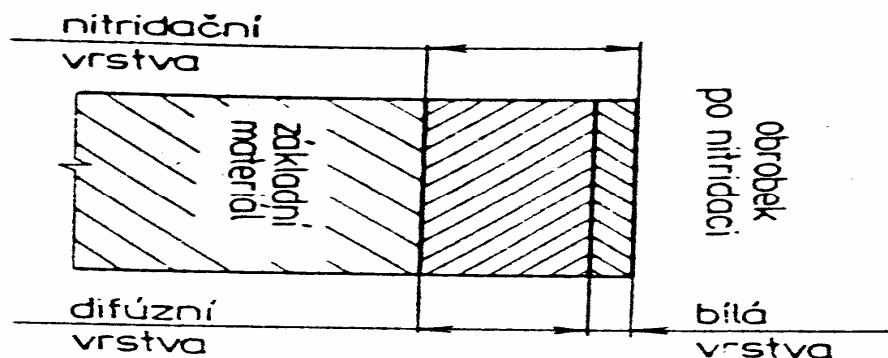
Obr. č. 24 f 14 220 – A3

Na fotografiích vidíme zřetelně bílou vrstvu, která se výrazně liší tloušťkou. Ve vzorcích s jakostí 15 230 je vrstva výrazně silnější než u jakosti 14 220. Čím větší je procento uhlíku v základním materiálu, tím je vrstva silnější.

Bílá vrstva je tvořena disperzním nitridem železa. Její strukturu lze při iontové nitridaci ovlivňovat složením nitridační atmosféry ve vakuové nádobě. Při použití plynu, který neobsahuje žádný uhlík, se vytvoří rentgenograficky zjištělná monofázová bílá vrstvička nitridu γ' o tloušťce max. 8 mikrometrů. My jsme dosáhli

u materiálu 15 230 - 5 mikrometrů a u 14 220 – 3 mikrometry. Fáze γ' je intermetalická sloučenina nitridu železa Fe_4N s mřížkou krychlovou, plošně

středěnou. Růst vrstvičky se po 6 hodinách zastavuje. Má vysokou tvrdost a výbornou odolnost proti opotřebení a dobré protikorozi vlastnosti.[13]



Obr. č. 23 Složení nitridační vrstvy

6.4.1 Kontrola mikrotvrdosti

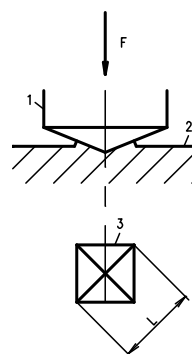
Tvrdost je definována jako odpor materiálu proti vnikání cizího tělesa. Princip metody spočívá v tom, že se do hladkého povrchu zkoušené látky vtlačuje vhodné vnikající těleso (indentor), v našem případě to byl čtyřboký diamantový jehlan, jehož protilehlé strany svírají úhel 136° (obr.č. 25). Po zatížení indentoru, určité prodlevě a odlehčení se zjistí velikost úhlopříčky vzniklého vtisku a vypočítá se Vickersova tvrdost.

Název mikrotvrdost se ustálil pro tvrdost určenou použitím zcela malých zatížení, tak aby vznikly vtisky nepatrné velikosti. Často se uvádí 19,8N jako hranice mezi makro a mikrotvrdostí. Mikrotvrdost nelze určovat obvyklými tvrdoměry, neboť vyžaduje nesrovnatelně větší přesnost jak při zatěžování, tak i při proměřování vtisku.

Pro měření mikrotvrdosti byla použita Vickersova metoda, která byla prováděna pomocí mikrotvrdoměru LECO 2000

$$Hv_{0,05} = \frac{P}{F} = \frac{2 \cdot P \cdot \sin \frac{\alpha}{2}}{d^2} = 1,8544 \cdot \frac{P}{d^2}$$

- 1 - čtyřboký diamantový jehlan
- 2 - povrch vzorku
- 3 - vtisk v úhlopříčkách



Obr.č. 25 Geometrie vtisku při měření tvrdosti Vickersem

Zkouška se obvykle provádí při okolní teplotě v mezích od 10 °C do 35 °C. zkouška za řízených podmínek se musí provádět při teplotě (23 ± 5) °C.

Zkouška tvrdosti		Zkouška tvrdosti při nízkém zatížení		Zkouška mikrotvrdosti	
Značka tvrdosti	Nominální hodnota zkušebního zatížení F N	Značka tvrdosti	Nominální hodnota zkušebního zatížení F N	Značka tvrdosti	Nominální hodnota zkušebního zatížení F N
HV 5	49,03	HV 0,2	1,961	HV 0,01	0,09807
HV 10	98,07	HV 0,3	2,942	HV 0,015	0,147
HV 20	196,1	HV 0,5	4,903	HV 0,02	0,1961
HV 30	294,2	HV 1	9,807	HV 0,025	0,2452
HV 50	490,3	HV 2	19,16	HV 0,05	0,4903
HV 100	980,7	HV 3	29,42	HV 0,1	0,9807

Tab.č. 4 Zkušební zatížení

Příklad označení tvrdosti podle Vickerse HV:

640 HV 30 /20

640 – hodnota tvrdosti dle Vickerse

HV – značka tvrdosti

30 – přibližná hodnota použitého ekvivalentního zkušebního zatížení v kgf,
dle $30 \text{ kgf} = 294,2 \text{ N}$

20 – doba zkušebního zatížení (20 s) uvádí se, pokud neleží v předepsaném rozsahu (10s až 15s)

Zkušební těleso se musí umístit na tuhou podpěru. Kontrolní plocha musí být čistá a zbavena cizorodých látek (okuje, oleje, nečistoty apod.). Je důležité, aby zkušební těleso spočívalo na podpěře tak pevně, aby v průběhu zkoušky nedošlo k posunutí.

Vnikající těleso se přivádí do styku se zkoušeným povrchem a v kolmém směru povrchu se bez otřesů a vibrací zatěžuje až do dosažení předepsané hodnoty zkušebního zatížení. Doba od počátku zatížení do dosažení plného zatížení musí být nejméně 2s, avšak nesmí převyšovat 8s. U zkoušky tvrdosti při nízkém zatížení a zkoušky mikrotvrdosti nesmí maximální doba zatížení přesáhnout 10s. U zkoušky tvrdosti při nízkém zatížení a zkoušky mikrotvrdosti nesmí rychlost přibližování vnikajícího tělesa přesáhnout 0,2 mm/s.

Výdrž na zkušebním zatížení musí být 10 až 15s s výjimkou zkoušek těch materiálů, u nich by toto rozmezí nebylo vhodné vzhledem k jejich časově závislým vlastnostech. U těchto zkoušek se povoluje delší doba výdrže, která se musí uvést jako součást označení tvrdosti.

V případě oceli musí být vzdálenost od středu jakéhokoliv vtisku k hraně zkušebního tělesa nejméně 2,5 násobek střední délky úhlopříčky vpichu. Vzdálenost mezi středy dvou sousedících vtisků u oceli musí být alespoň

trojnásobek střední délky úhlopříčky vtisku. Pokud mají dva sousedící vtisky odlišnou velikost, pak jejich vzájemná vzdálenost vychází ze střední úhlopříčky většího vtisku. [17]

6.4.2 Hloubka nitridační vrstvy

Způsob kontroly nitridační vrstvy je stanoven normou ČSN 42 0448-80. Tato norma určuje hloubku nitridační vrstvy jako vzdálenost od povrchu až k ose vtisku, kde se dosáhne hodnoty tvrdosti materiálu naměřené před nitridací. Pro hodnocení hloubky nitridace je velice nutné znát počáteční hodnotu tvrdosti. Tato hodnota má rozhodující význam, pokud chceme měřit hloubku.

Základní materiál pro zkušební vzorky je ocel jakosti 15 230.6 a 14 220.1

Pevnost materiálu před nitridací by se měla pohybovat v těchto hodnotách:

15 230.6 – dosahuje pevnosti byla v průměru 405 HV

14 220.1 – dosahuje pevnosti byla v průměru 220 HV

Příprava metalografických výbrusů ze zkušebních vzorků:

- 1) Rozřezání zkušebních vzorků příčně
- 2) Zalisování hmotou Multi Fast na zalisovačce Pronto Press 20 (viz obr. č.26 - 1)
- 3) Broušení vzorků na brousícím stroji Tegra pol – 35 (použité brusné papíry: 80,180, 320, 500, 1000, a 2400) (viz obr.č.26 - 2)
- 4) Leštění vzorků na leštičce Tegra pol – 35 (viz obr.č.26 - 2)

Po broušení se výbrusy musely omýt vodou, polít lihem a osušit fénem. Tato činnost se opakovala i po leštění a následně jsme naleptali leštěnou plochu 4% kyselinou dusičnou (HNO_3).



Obr. č.26

1

2

6.4.3 Kontrola korozní odolnosti

Vytvořená nitridační vrstva má dobrou odolnost proti korozi v tlakové a mořské vodě, vlhké atmosféře a přehřáté páře, proti olejům, spalinám, slabým

louhům a jiným látkám. Není odolná proti kyselinám. Ve vlhkém prostředí odolává několik let a pod vodní hladinou až několik měsíců. Zvláště odolné proti korozi jsou nitridované předměty s hladkým povrchem. Výrobky, které jsou obráběny řeznými nástroji, mají ostré úhly. Bývá to nejčastější příčina koroze, protože vznikají mikroskopické trhliny. Tyto trhliny porušují celistvost nitridační vrstvy.

Zkoušky laboratorně urychlené umožňují za relativně krátkou dobu posoudit vlastnosti zkoušené nitridační vrstvy. Slouží k tomu např. solná komora (obr.č.27).



Obr.č. 27 Solná komora S 400 MT-R

Pro zjištění korozní odolnosti nitridační vrstvy byla použita korozní zkouška v umělých atmosférách – zkouška solnou komorou dle ČSN ISO 9227. Zkouška v umělé atmosféře mlhy NaCl v solné komoře se používá ke zjištění např. pórů a jiných vad, tedy ke zjištění nesouvislostí v nátěrovém systému. Na expozici byla prováděna vizuální kontrola po 30, 60, 90min. a 12 hod. v 5 %

roztoku NaCl při teplotě $t = 35^{\circ}\text{C}$ a $\text{pH} = 6,5 - 7,2$. Po těchto hodinách byly jednotlivé vzorky postupně vytahovány ze solné komory.

Na konci doby zkoušky se vzorky vyjmou z komory a před oplachem se nechají 0,5 až 1 hodinu oschnout, aby se snížilo nebezpečí korozních zplodin. Před kontrolou se z povrchu vzorků pečlivě odstraní zbytky rozprášeného vzorku. Vhodný způsob je vzorky opatrně opláchnout nebo ponořit do čisté tekoucí vody o teplotě nepřesahující 40°C a poté je ihned osušit proudem vzduchu.

Při zpracování zkoušky lze použít pro splnění konkrétních požadavků mnoho různých kritérií:

- a. vzhled po zkoušce
- b. vzhled po odstranění povrchových korozních zplodin
- c. počet a rozmístění korozních poškození, tj. body, trhliny, puchýře atd.; tyto vady mohou být vyhodnoceny metodou podle ISO 1462 nebo ISO 4540
- d. doba do objevení prvních projevů koroze
- e. změna hmotnosti
- f. změny zjištění mikroskopicky
- g. změna mechanických vlastností

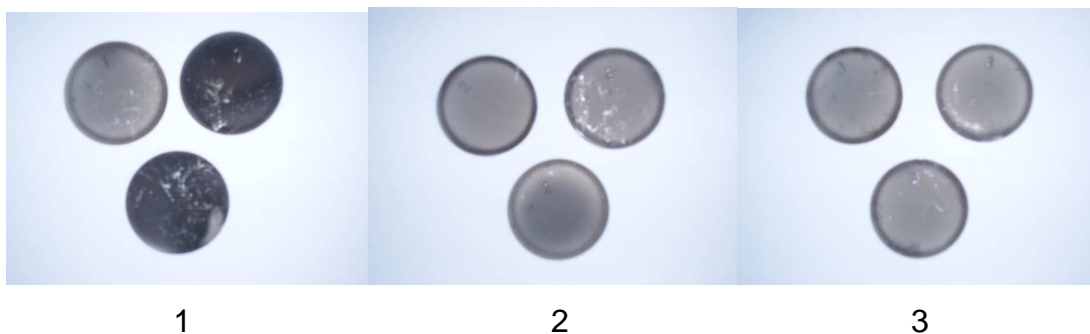
Protokol o zkoušce musí obsahovat údaje o průběhu zkoušky. Tyto údaje se mohou podle účelu zkoušky a stanovených požadavků lišit, všeobecně musí obsahovat tyto údaje:

- a) odkaz na tuto normu
- b) typ a stupeň čistoty používaných chemikálií a vody
- c) popis zkoušeného materiálu nebo výrobku
- d) rozměry, tvar vzorku, vlastnosti a plochu zkoušeného povrchu

- e) způsob přípravy vzorku včetně postupu čištění a ochrany hran nebo jiných speciálních částí vzorku
- f) známé charakteristiky povlaku s určením jeho plochy
- g) počet zkoušených vzorků reprezentujících určitý materiál nebo výrobek
- h) použité metody čištění vzorků po zkoušce, úbytek hmotnosti způsobený čištěním vzorků
- i) úhel sklonu zkoušených povrchů
- j) frekvenci a počet změn umístění vzorků, pokud nastanou
- k) doba zkoušky a výsledky případných kontrol v průběhu zkoušky
- l) vlastnosti všech referenčních vzorků umístěných v komoře pro kontrolu stability zkušebních podmínek
- m) zkušební teplota
- n) objem nahromaděného roztoku
- o) hodnota pH zkušebního a nahromaděného roztoku
- p) objemovou hmotnost nahromaděného roztoku
- q) všechny zvláštnosti nebo nehody, které se vyskytly během zkoušky
- r) intervaly kontrol [9]

7 Experimentální práce – výsledky

Ukázka vzorků



Obr. č. 28 Vzorky připravené ke kontrole



Obr. č. 29 Metalografické výbrusy

A – průměr 48 a tloušťka 5mm (mater. 14 220)

B – průměr 43 a tloušťka 5mm (mater. 15 230)

- 1 – neodmaštěný vzorek (znečištěný)
- 2 – odmaštěný prostředkem SCHNELLENTFETTER 1358
- 3 – odmaštěný prostředkem TAUCHENTFETTER 3188-4

Pořadí	Označení vzorků	Jakost materiálu	Způsob povrchové předúpravy
1	1/A	14 220.1	neodmaštěný vzorek (znečištěný)
2	2/A	14 220.1	odmaštěný prostředkem Schnellentfetter 1358
3	3/A	14 220.1	odmaštěný prostředkem TAUCHENTFETTER 3188-4
4	1/B	15 230.6	neodmaštěný vzorek (znečištěný)
5	2/B	15 230.6	odmaštěný prostředkem Schnellentfetter 1358
6	3/B	15 230.6	odmaštěný prostředkem TAUCHENTFETTER 3188-4

Tab. č. 5 Dále budeme označovat vzorky číslo/písmeno

7.1 Hloubka nitridační vrstvy

Na mikrotvrdoměru LECO 2000 (obr.č 30) jsme nastavili deset vpichů ve vzdálenosti 5 μm od sebe. Měřicí přístroj je poloautomat, který napíchá přesně podle normy jak vzdálenost, tak i dobu zatížení diamantového hrotu. Odměření úhlopříčky vpichu musíme provést už ručně. Výsledky měření nám automaticky přístroj převádí na tvrdost podle Vickerse [HV]. Všechna měření byly zaznamenána do protokolů, které jsou součástí této diplomové práce v přílohách č. 5 až 10. Tvrdost nitridační vrstvy klesá od povrchu do hloubky. Pokles tvrdosti od povrchu do hloubky není rovnoměrný. Odpovídá křivce, jejíž tvar je ovlivněn hlavně chemickým složením oceli, ale i režimem nitridace. Za hloubku nitridační vrstvy považujeme kolmou vzdálenost od povrchu až k ose vpichu, kde je dosaženo tvrdosti vyšší o 50 HV, než je skutečná tvrdost jádra.



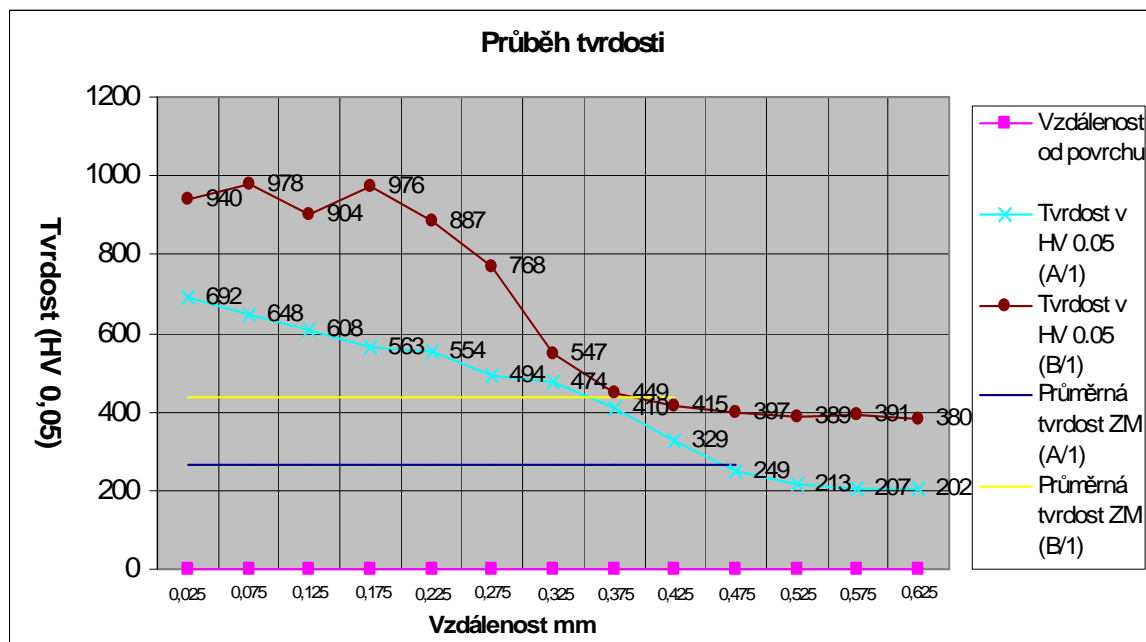
Obr. č. 30

Mikrotvrdoměr LECO 2000

Výsledky naměřených hodnot:

Počet vpichů	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Vzdálenost od povrchu	0,025	0,075	0,125	0,175	0,225	0,275	0,325	0,375	0,425	0,475	0,525	0,575	0,625
14 220.1													
Tvrdost v HV 0.05 (A/1)	692	648	608	563	554	494	474	410	329	249	213	207	202
15 230.6													
Tvrdost v HV 0.05 (B/1)	940	978	904	976	887	768	547	449	415	397	389	391	380

Tab. č. 6 naměřené hodnoty z protokolu



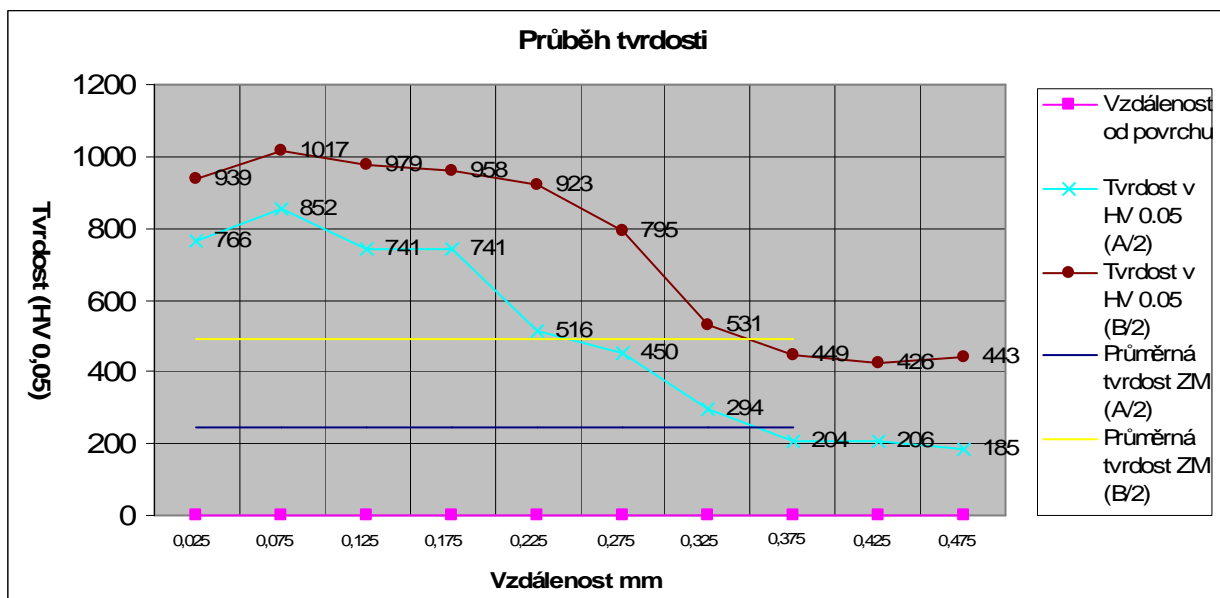
Graf č. 1 ukazuje hodnoty postupného měření od povrchu až do základního materiálu



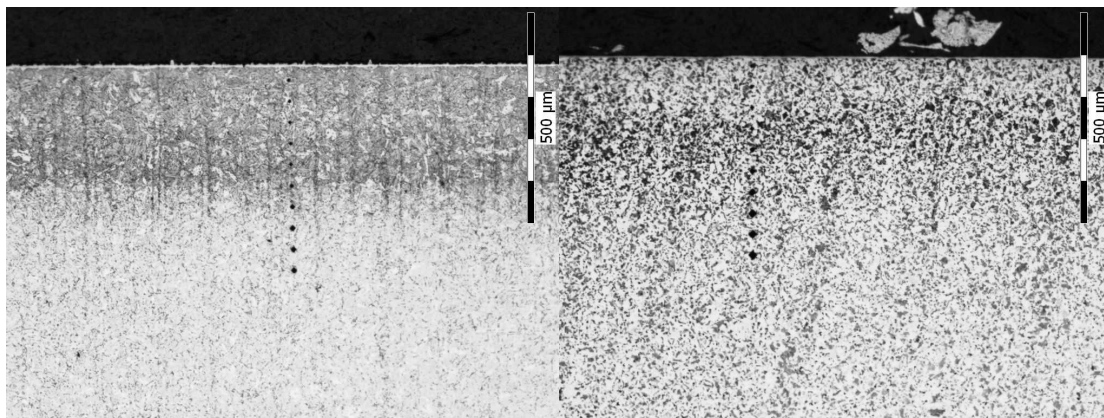
Obr. č. 31 zvětšené 100x – viditelné vpichy a tmavší nitridická vrstva

Počet vpichů	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Vzdálenost od povrchu	0,025	0,075	0,125	0,175	0,225	0,275	0,325	0,375	0,425	0,475
14 220.1										
Tvrdost v HV 0.05 (A/2)	766	852	741	741	516	450	294	204	206	185
15 230.6										
Tvrdost v HV 0.05 (B/2)	939	1017	979	958	923	795	531	449	426	443

Tab. č. 7 naměřené hodnoty z protokolu



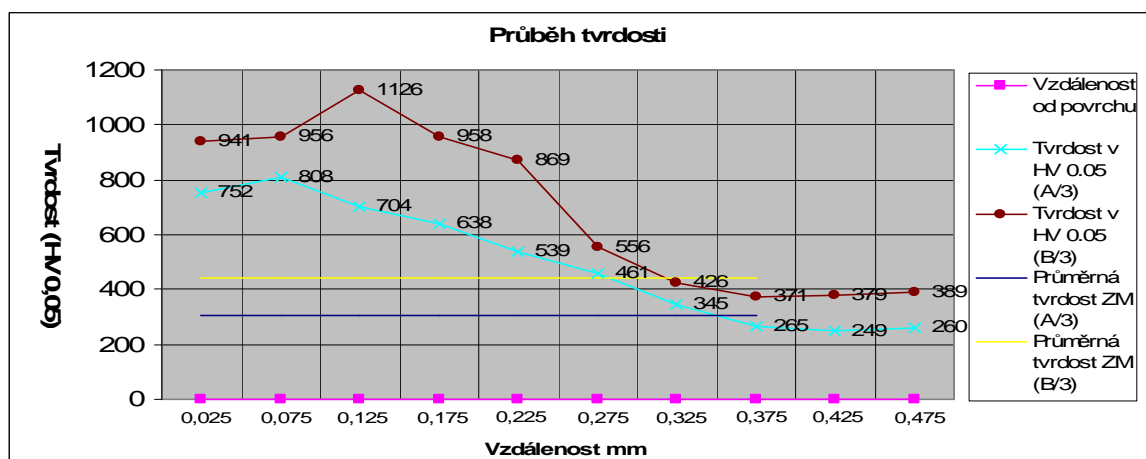
Graf č. 2 ukazuje hodnoty postupného měření od povrchu až do základního materiálu



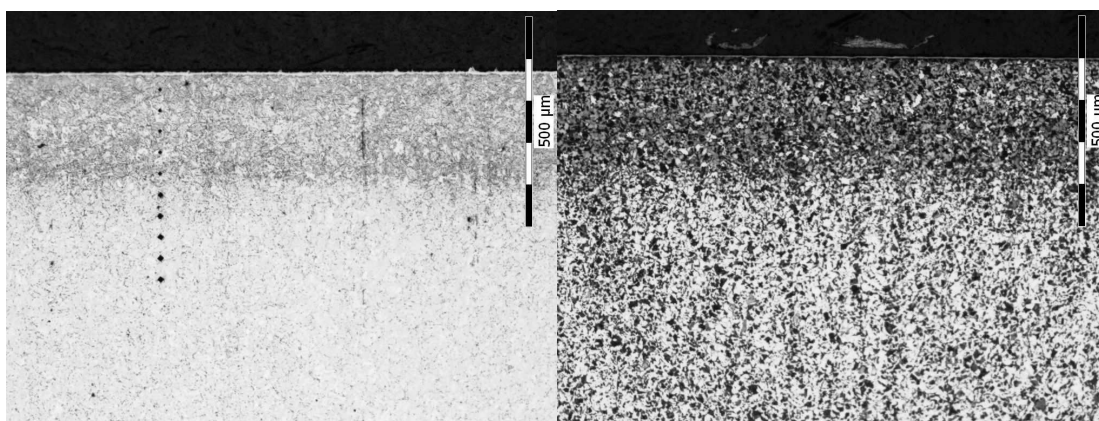
Obr. č. 32 Zvětšené 100x – viditelné vpichy a tmavší nitridická vrstva

Počet vpichů	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Vzdálenost od povrchu	0,025	0,075	0,125	0,175	0,225	0,275	0,325	0,375	0,425	0,475
14 220.1										
Tvrdost v HV 0.05 (A/3)	752	808	704	638	539	461	345	265	249	260
15 230.6										
Tvrdost v HV 0.05 (B/3)	941	956	1126	958	869	556	426	371	379	389

Tab. č. 8 naměřené hodnoty z protokolu



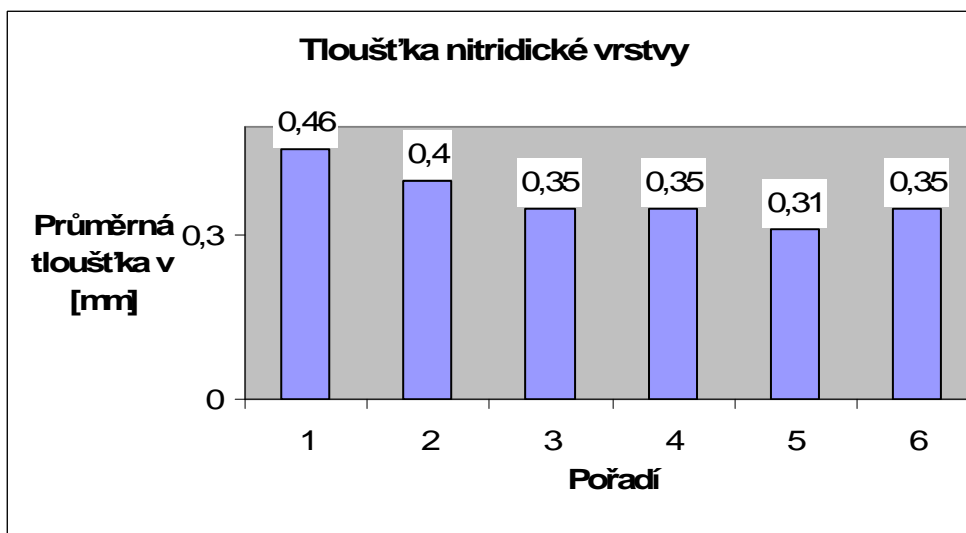
Graf č. 3 Ukazuje hodnoty postupného měření od povrchu až do základního materiálu



Obr. č. 33 Zvětšené 100x – viditelné vpichy a tmavší nitridická vrstva

Pořadí	Označení vzorků	Průměr [mm]
1	1/A	0,46
2	2/A	0,4
3	3/A	0,35
4	1/B	0,35
5	2/B	0,31
6	3/B	0,35

Tab.č. 9 Naměřené hodnoty z grafů



Graf č. 4 Ukazuje naměřené hodnoty

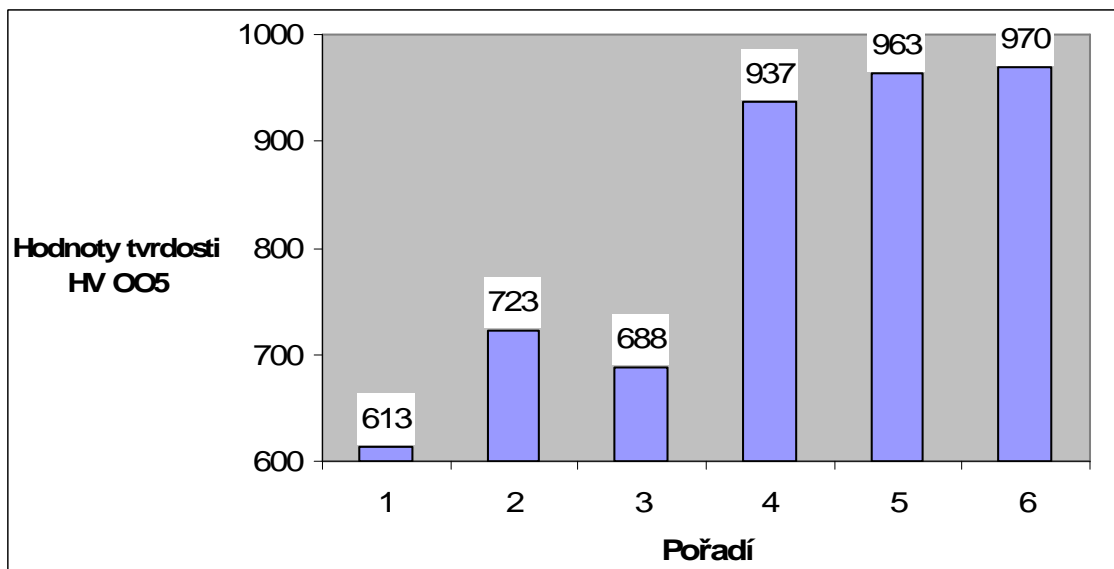
7.2 Mikrotvrdost nitridační vrstvy

Měření mikrotvrdosti nitridační vrstvy bylo provedeno na 6 vzorcích, z toho na každém vzorku bylo uskutečněno 6 měření.

Výsledné tabulky a grafy zkoušky mikrotvrdosti

Pořadí	Označení vzorků	Počet měření mikrotvrdosti					Průměr
		1	2	3	4	5	
1	1/A	692	648	608	563	554	613
2	2/A	766	852	741	741	516	723
3	3/A	752	808	704	638	539	688
4	1/B	940	978	904	976	887	937
5	2/B	939	1017	979	958	923	963
6	3/B	941	956	1126	958	869	970

Tab.č. 10 Udává tvrdost nitridické vrstvy naměřené při kontrole tloušťky



Graf č. 5 Výsledné hodnoty mikrotvrdosti

7.3 Korozní zkouška v umělé atmosféře

Podklady pro zpracování výsledků zkoušek jsme čerpali z ČSN ISO 9227.

Typ a stupeň čistoty používaných chemikálií a vody, zkušební teplota, doba zkoušky a případné kontroly v průběhu zkoušky jsou uvedeny v odstavci 6.4.3. Popis zkoušeného materiálu nebo výrobku, rozměry, tvar vzorku je na začátku experimentální práce. Vzorky jsme nečistili ani jinak nepřipravovali, pouze jsme zalepili lepící páskou nenitridované plochy, která vznikla od postavců. Tyto plochy by mohly ovlivnit výsledek zkoušky. Do solné komory byly vloženy z každého druhu jeden kus. To znamená, že prošlo procesem 6 kusů.



Obr. č. 34

Kontrola po 30 minutách



Obr.č. 35

Kontrola po 60 minutách



Obr.č. 36

Kontrola po 90 minutách



Obr.č. 37

Kontrola po 12 hodinách

Kontrolu koroze jsme provedli dle stupně hodnocení hustoty projevu „m“ velikosti projevu g 5 podle normy ČSN 67 3089 (tab. č. 11).

Označení vzorků	Stupeň hodnocení hustoty projevu dle „m“			
	30min	60min	90min	12hod
1/A	m 4	m 5	m 6	m 7
2/A	m 4	m 6	m 6	m 7
3/A	m 4	m 5	m 6	m 7
1/B	m 4	m 6	m 7	m 8
2/B	m 5	m 6	m 7	m 8
3/B	m 4	m 5	m 6	m 7

Tab. č. 11 Výsledky kontroly koroze

8 Závěr

Diplomová práce se zabývá studiem vlivu třech povrchových předúprav a jakostí materiálů na chemicko-tepelného zpracování povrchu (procesem iontové nitridace).

V teoretické části byly prostudovány povrchové předúpravy kovu, vlastnosti nitridické vrstvy a technologie metody iontové nitridace. Na problematiku kvality a hloubky nitridační vrstvy je zaměřena zejména část praktická. Práce experimentálně zjišťuje vliv předúprav a jakostí materiálů na tvrdost, hloubku, kvalitu a korozní odolnost povrchové úpravy.

Zkušební vzorky a vakuovou pec (pec pro iontovou nitridaci) poskytla fa. Strojírny Třinec a.s. Podkladový materiál je ocel jakosti 15 230.6 a 14 220.1. Jednalo se o kulatinu průměru 43 a 48mm, kterou jsme upíchli na soustruhu a přebrousili na plocho. Při broušení byly vzorky chlazeny kapalinou. Chladicí kapalina se skládá z vody a oleje.

Jednu třetinu vzorků jsme neodmastili vůbec a zbývající ve dvou různých odmašťovacích prostředcích (SCHNELLENTFETTER 1358, TAUCHENTFETTER 3188-4), přičemž byla zkoumána účinnost jednotlivých typů odmašťovadel. Poté proběhlo odjiskřování, při kterém jsme zjistili, že neodmaštěné vzorky se čistily 1,5x déle než vzorky odmaštěné. Proto musíme dbát na důkladné očištění všech výrobků, které povrchově upravujeme metodou iontové nitridace. Nitridovat nečisté výrobky by bylo pro firmu z ekonomického hlediska nevhodné, neboť by docházelo k výraznému nárůstu času výroby a spotřeby energie.

V další části diplomové práce byla u všech vzorků zkoumána nitridační vrstva z hlediska tvrdosti, hloubky a odolnosti proti korozi. Při hodnocení mikrotvrdosti je z výsledků měření zřejmé, že vyšších hodnot dosahují vzorky jakosti materiálu

15 230 a to 930 až 970 HV. Neočištěný vzorek 1/B je vyhodnocen s nejnižší tvrdostí. Mezi vzorky 2/B a 3/B nejsou téměř žádné rozdíly. U materiálu jakosti 14 220 se pohybuje tvrdost mezi 613 až 723 HV. U této jakosti je rozdíl mezi neočištěnými 1/A a očištěnými 2/A a 3/A značný a to až 100 HV. Mezi očištěnými vzorky není opět velký rozdíl. Hloubka nitridační vrstvy se jsou v rozmezí 0,31 až 0,45 mm. Jediný výrazný rozdíl je u vzorku 1/A. Ostatní naměřené hodnoty jsou na stejné úrovni. Čistota povrchu nemá zásadní vliv na hloubku nitridické vrstvy. Korozní zkouška v solné komoře dopadla docela špatně. Žádný vzorek nejevil výrazné odchylky. Zjistili jsme, že nitridace není povrchová úprava určená přímo proti korozi a nitridované plochy musí být dále povrchově upraveny (nátěr, konzervace olejem nebo tectilem). Kontrola bílé vrstvy ,která je tvořena disperzním nitridem železa a označujeme jí γ' by měla dosahovat tloušťku max. 8 mikrometrů. My jsme dosáhli u materiálu 15 230 - 5 mikrometrů a u 14 220 – 3 mikrometry. Fáze γ' je intermetalická sloučenina nitridu železa Fe_4N s mřížkou krychlovou, plošně středěnou. Růst vrstvičky se po 6 hodinách zastavuje. Má vysokou tvrdost a výbornou odolnost proti opotřebení a dobré protikorozní vlastnosti. Toto je hlavní důvod iontové nitridace.

Seznam použité literatury

- 1) KUBÁTOVÁ, H. *Nátěry kovů*. Praha: Grada, 2000. 104 s.
- 2) MOHYLA, M. *Technologie povrchových úprav kovů*. Ostrava: VŠB-TU, 2000. 156 s. ISBN 80-7078-953-0
- 3) PODJUKLOVÁ, J. *Speciální technologie povrchových úprav I*. Ostrava: VŠB-TU, 1997
- 4) RONEŠ, J.-TROJÁNEK, F. *Příprava kovového povrchu pod nátěry*. Praha: SNTL, 1959. 244 s.
- 5) Norma ISO 8505-1
- 6) Norma EN ISO 2808
- 7) Norma ČSN EN 24624
- 8) Norma ČSN ISO 2409
- 9) Norma ČSN ISO 9227
- 10) Norma ČSN 67 3088
- 11) Norma ISO 9226
- 12) Norma ISO 4628
- 13) HOLENÁŘ A.- HRUBÝ V. *Iontová nitridace v praxi*
- 14) Norma ČSN 41 4220
- 15) Norma ČSN 41 5230
- 16) Norma ČSN 42 0448-80
- 17) Norma ČSN EN 6507

PODĚKOVÁNÍ

Chtěl bych tímto poděkovat Doc. Ing. Jitce Podjuklové, CSc. za cenné rady a odbornou pomoc při řešení této diplomové práce.

Bc. Chmel David